

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CONSTRUÇÃO CIVIL**

**ESTUDO DA ESTRUTURA DE POROS DE UM COMPÓSITO DE
MATRIZ CIMENTÍCIA POR MEIO DA MICROTOMOGRÁFIA DE
RAIOS X**

Elen Elisabete Bernardes

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
2013

Elen Elisabete Bernardes

**ESTUDO DA ESTRUTURA DE POROS DE UM COMPÓSITO DE
MATRIZ CIMENTÍCIA POR MEIO DA MICROTOMOGRAFIA DE
RAIOS X**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Construção Civil da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Construção Civil.

Área de concentração: Construção Civil
Orientador: Prof. Dr. Aldo Giuntini de Magalhães
Coorientador: Prof. Dr. Wander Luiz de Vasconcelos

Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG

2013

B521e Bernardes, Elen Elisabete.
Estudo da estrutura de poros de um compósito de matriz cimentícia por meio da microtomografia de raios X [manuscrito] / Elen Elisabete Bernardes. – 2013.
126 f., enc.: il.

Orientador: Aldo Giuntini de Magalhães.
Co-orientador: Wander Luiz de Vasconcelos.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f.121-126.

1. Construção civil - Teses. 2. Porosidade - Teses. I. Magalhães, Aldo Giuntini. II. Vasconcelos, Wander Luiz de. III. Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. IV. Título.

CDU: 69 (043)

ESTUDO DA ESTRUTURA DE POROS DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ CIMENTÍCIA POR MEIO DA MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Construção Civil da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Construção Civil.

Comissão examinadora:

Prof. Dr. Aldo Giuntini de Magalhães
DEMC - UFMG (orientador)

Prof. Dr. José Márcio Fonseca Calixto
DEES - UFMG

Prof. João Luiz Calmon Nogueira da Gama
UFES – Universidade Federal do Espírito Santo

AGRADECIMENTOS

Como já dito pela poetisa, Clarice Lispector, “Quem caminha sozinho pode até chegar mais rápido, mas aquele que vai acompanhado, com certeza vai mais longe.”.

Ao longo desta caminhada pude contar com a ajuda e generosidade de pessoas que se tornaram essenciais neste processo. Assim, ofereço meus agradecimentos:

Ao Prof. Aldo Giuntini, não apenas pela orientação, mas pela dedicação, apoio e força que me transmitiu ao longo desses anos em que estivemos juntos nesta empreitada. Obrigada por sempre me mostrar uma “luz no fim do túnel” e me ajudar a superar meus limites.

Ao Prof. Wander Vasconcelos, por “abrir as portas” de seu laboratório. Sem este apoio, a realização deste trabalho seria impossível.

Aos colaboradores dos diversos laboratórios e dos diversos departamentos, os quais me deram suporte e, em especial, a toda equipe do DEMC.

À Holcim e Lafarge, pelo apoio técnico.

Aos meus pais, por me amarem e se orgulharem sempre de mim.

Aos meus queridos avós Ângelo (que este ano nos deixou) e Conceição, por compreenderem a minha ausência.

Ao meu namorado, por estar ao meu lado durante todo este tempo em que as horas livres tinham que ser dedicadas ao estudo.

A todos vocês, ofereço minha gratidão, meus votos de alegria, sucesso e paz e o mais sincero...

MUITO OBRIGADA!

Aos meus queridos e amados avós, Ângelo Ceraso (*in memorian*) e Conceição Anacleto Ceraso (Vó Zica), e pais, João Bosco Bernardes da Costa e Heloisa Elizabethe Bernardes (Loi). Cada conquista na minha vida é fruto do pedacinho de vocês que habita dentro de mim.

**“Uma vida sem desafios não vale a pena ser
vívuda.”**

Sócrates

SUMÁRIO

Lista de figuras	10
Lista de quadros	12
Lista de tabelas	13
Lista de abreviaturas e siglas	15
Lista de unidades	16
Lista de símbolos	18
Resumo.....	20
Abstract.....	21
1 INTRODUÇÃO.....	22
1.1 Importância e justificativa	24
1.2 Objetivo geral	25
1.3 Objetivos específicos.....	25
1.4 Estrutura do trabalho	26
2 REVISÃO DA LITERATURA	27
2.1 – Compósitos de cimento Portland	27
2.1.1 Materiais constituintes	28
2.1.2 Estrutura	34
2.2 – Estrutura de poros	37
2.2.1 Relação entre porosidade e propriedades físicas	41
2.3 – Técnicas para investigação da estrutura de poros	42
2.3.1 Estudos sobre a estrutura de poros de compósito de cimento Portland	44
2.4 – Microtomografia de raios X	55

2.4.1 Raios X e a interação com a matéria	56
2.4.2 Estrutura e funcionamento do microtomógrafo de raios X	58
2.4.3 Fundamentos da microtomografia computadorizada de raios X ...	60
2.5 – Amostragem	64
2.6 – Efeito das características dimensionais dos corpos de prova no ensaio de caracterização mecânica à compressão de materiais com matriz cimentícia	66
3 MATERIAIS E MÉTODOS	71
3.1 – Especificação dos materiais	72
3.1.1 Cimento	72
3.1.2 Agregado miúdo	74
3.1.3 Água	75
3.2 – Plano experimental	75
3.2.1 Preparação das argamassas – dosagem, moldagem e cura	78
3.2.2 Preparação dos corpos de prova e amostras	81
3.3 – Realização dos ensaios	82
3.3.1 Microtomografia de raios X	83
3.3.2 Picnometrias de hélio e mercúrio.....	85
3.3.1 Resistência à compressão	87
4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	88
4.1 – Resistência à compressão	88
4.2 – Densidade das amostras por picnometria de He e Hg	93
4.3 – Porosidade das amostras por picnometria e μ -CT	95
4.4 – Parâmetros morfológicos por microtomografia de raios X	100

4.5 – Distribuição de frequência dos parâmetros morfológicos obtidos por μ - CT aos 7 e 28 dias X	102
4.6 – Análise das imagens	111
4.7 – Avaliação dos resultados perante à literatura	116
5 CONCLUSÕES	118
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	120
7 REFERÊNCIAS	121

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Processo de fabricação do cimento	30
Figura 2 – Características dos agregados versus propriedades do concreto	31
Figura 3 – Efeitos das adições nas propriedades dos compósitos cimentícios	33
Figura 4 – Interface pasta/agregado	35
Figura 5 – Modelo de Powers para variação na porosidade no concreto de acordo com grau de hidratação e fator a/c	41
Figura 6 – Modelo de Powers para relação entre porosidade e força de compressão	42
Figura 7 – Frasco volumétrico para picnometria	48
Figura 8 – Representação esquemática do picnômetro a gás	50
Figura 9 – Modelo esquemático de funcionamento da μ -CT	53
Figura 10 – Esquema de interação da radiação para o efeito Compton	56
Figura 11 – Modelo esquemático sistema tomográfico	58
Figura 12 – Modelo esquemático do tubo de raios X.....	59
Figura 13 – Feixes de raios X	61
Figura 14 – Representação de pixel e voxel	63
Figura 15 – Esquema ilustrativo da aquisição, reconstrução e geração das imagens e modelos tridimensionais	64
Figura 16 – Variação da resistência à compressão com as dimensões do corpo de prova	68
Figura 17 – Coeficiente de variação da resistência em função das resistências à compressão médias	70
Figura 18 – Moldes para corpos de prova de (2x4) cm e (5x10) cm	77
Figura 19 – Mesa vibratória para CP (5x10) cm	79
Figura 20 – Mesa vibratória para CP (2x4) cm	79
Figura 21 – Esquema de corte do CP (5x10) cm	82
Figura 22 – Equipamento para microtomografia de raios X	83
Figura 23 – Trecho do CP submetido ao feixe de raios X	84
Figura 24 – Delimitação das ROIs para cálculos morfométricos	84
Figura 25 – Picnômetro de hélio	85
Figura 26 – Gráfico de dispersão para resistência dos CPs aos 7 dias	91
Figura 27 – Boxplot para distribuição de resistência à compressão dos cilindros	93

Figura 28 – Distribuição de frequência do percentual de CPs por classe de resistência à compressão	93
Figura 29 – Região do CP submetida à leitura com microtomógrafo	97
Figura 30 – Valores de porosidade obtidos por μ -CT e picnometrias de hélio e mercúrio	99
Figura 31 – Delimitação da ROI global e recuada no CP	99
Figura 32 – Delimitação das ROIs global, recuada e central	103
Figura 33 – Distribuição das seções por classe de porosidade na idade de 7 dias	104
Figura 34 – Distribuição das seções por classe de porosidade na idade de 28 dias	105
Figura 35 – Distribuição das seções por classe de porosidade aberta na idade de 7 dias	106
Figura 36 – Distribuição das seções por classe de porosidade aberta na idade de 28 dias	107
Figura 37 – Distribuição do percentual de seções por faixa de diâmetro de poros na idade de 7 dias	107
Figura 38 – Distribuição do percentual de seções por faixa de diâmetro de poros na idade de 28 dias	108
Figura 39 – Distribuição do número de seções por classe de fragmentação na idade de 7 dias	109
Figura 40 – Distribuição do número de seções por classe de fragmentação na idade de 28 dias	109
Figura 41 – Distribuição do número de seções por classe de dimensão fractal na idade de 7 dias	110
Figura 42 – Distribuição do número de seções por classe de dimensão fractal na idade de 28 dias	111
Figura 43 – Imagem tomográfica da seção 1 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	112
Figura 44 – Imagem tomográfica da seção 2 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	112
Figura 45 – Imagem tomográfica da seção 3 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	113
Figura 46 – Imagem tomográfica da seção 205 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	113
Figura 47 – Imagem tomográfica da seção 206 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	114
Figura 48 – Imagem tomográfica da seção 556 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	114
Figura 49 – Imagem tomográfica da seção 721 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	115
Figura 50 – Imagem tomográfica da seção 1020 na idade de 7 e 28 dias de 28 dias	115

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Produtos de hidratação do cimento Portland comum	36
Quadro 2 – Classes de agressividade ambiental	39
Quadro 3 – Correspondência entre classe de agressividade e qualidade do concreto	40
Quadro 4 – Normas técnicas da ABNT para análise do cimento	74
Quadro 5 – Ensaio, idade e especificação de CP's para plano experimental	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação IUPAC para tamanho de poros	38
Tabela 2 – Métodos utilizados para determinação das propriedades da estrutura de poros	43
Tabela 3 – Densidade da pasta de cimento conforme condição de cura	46
Tabela 4 – Densidade das argamassas dos concretos obtidas por picnometrias de He e Hg	51
Tabela 5 – Porosidade total presente nas argamassas dos concretos analisados	51
Tabela 6 – Resultados encontrados por corpo de prova pela μ -CT	54
Tabela 7 – Porosidade das argamassas com diferentes tipos de adições de baixa densidade	55
Tabela 8 – Fator de correção h/d resistência característica (MPa) – CEB/90	68
Tabela 9 – Valores da resistência característica (MPa) – CEB/90.....	68
Tabela 10 – Teores dos componentes do cimento Portland de alta resistência inicial ...	72
Tabela 11 – Análise química CP V – ARI	73
Tabela 12 – Exigências físicas e mecânicas CP V – ARI	73
Tabela 13 – Frações granulométricas	75
Tabela 14 – Traço para argamassas	78
Tabela 15 – Quantidade de materiais por dosagem	78
Tabela 16 – Resistência à compressão 7 dias CP padrão (5x10 cm)	89
Tabela 17 – Resistência à compressão 7 dias CP especial (2x4 cm)	90
Tabela 18 – Referencial estatístico da resistência à compressão dos CPs aos 7 dias	92
Tabela 19 – Densidade real por picnometria de He	94
Tabela 20 – Densidade volumétrica por picnometria de Hg	94
Tabela 21 – Percentual de Porosidade por picnometrias.....	96
Tabela 22 – Percentual de porosidade por μ -CT	96
Tabela 23 – Porosidade mínima e máxima na idade de 7 dias por μ -CT	98
Tabela 24 – Porosidade mínima e máxima na idade de 28 dias por μ -CT	98
Tabela 25 – Percentual de porosidade aberta por μ -CT	100
Tabela 26 – Diâmetro médio de poros por μ -CT	101
Tabela 27 – Índice de fragmentação por μ -CT	102

Tabela 28 – Dimensão fractal por μ -CT	102
--	-----

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μ -CT	microtomografia computadorizada
2D	duas dimensões
3D	três dimensões
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASE	Área superficial específica
ASTM	American Society for Testing and Materials
CCD	charge-coupled device
CEB	Comité Euro-International du Béton
FD	Fractal dimension
E	Especificação
FDK	FeldKamp
GE	General Electric
IF	índice de fragmentação
ISO	International Organization for Standardization
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
LNEC	Laboratório nacional de engenharia civil
MEV	microscópio eletrônico de varredura
MIP	Mercury Intrusion Porosimetry
NBR	Norma brasileira
NM	Norma Mercosul
PVC	policloreto de vinila
ROI	Region of Interest

LISTA DE UNIDADES

%	por cento
μm	micrometro
Å	ångström
cm	centímetro
cm^2	centímetro quadrado
cm^3	centímetro cúbico
g	grama
g/cm^3	grama por centímetro cúbico
K	kelvin
kg	quilograma
Kg/cm^3	quilograma por centímetro cúbico
Kg/m^3	quilograma por metro cúbico
kV	quilovoltagem
lbf	pound force
m^2	metro quadrado
m^3	metro cúbico
m^2/kg	metro quadrado por quilograma
mA	miliampère
MeV	mega elétron-volt
mm	milímetro
Mp	megapixel
MPa	megapascal
$\text{M}\Omega.\text{cm}$	megaohm centímetro
nm	nanometro
°C	grau Celsius

Pa	pascal
psig	pound force per square inch
Ppm	parte por milhão
W	watt

LISTA DE SÍMBOLOS

θ	teta
A/C	fator água/cimento
Al	alumínio
c	velocidade da luz
Ca	cálcio
Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio
CaCO ₃	carbonato de cálcio
CaO	óxido de cálcio
CaSO ₄	sulfato de cálcio
CO ₂	dióxido de carbono
Cu	cobre
CP II	cimento Portland composto
CP II-E-32	cimento Portland composto com adição de escória - classe 32 MPa
CP III-32	cimento Portland de alto forno - classe 32 MPa
CP III-40-RS	cimento Portland de alto forno - classe 40 MPa - resistente à sulfato
C30	Classe de resistência de 30 MPa
C40	Classe de resistência de 40 MPa
CP V	cimento Portland de alta resistência inicial
CPs	corpos de prova
C-S-H	silicato de cálcio hidratado
<i>h</i>	constante de Planck
h/d	relação altura/diâmetro
H ₂ O	água
He	hélio
Hg	mercúrio

\ln	logaritmo natural
m	massa
Mg(OH)	hidróxido de magnésio
MgSO_4	sulfato de magnésio
Na_2SO_4	sulfato de sódio
SiO_2	dióxido de silício
V	volume
Z	número atômico
λ	lambda
ρ	densidade
$\mu\text{-CT}$	microtomografia computadorizada
\supset	contém
\subset	está contido

RESUMO

Os compósitos de matriz de cimento Portland apresentam uma rede interna de poros, cujo sistema de distribuição é fortemente influenciado pelos seus fatores de produção, como dosagem, adensamento e cura. A estrutura de poros tem impacto direto sobre as propriedades físicas dos materiais, como é o caso da resistência à compressão. Embora existam muitas técnicas consolidadas para mensuração e caracterização da estrutura de poros, a microtomografia de raios X tem se mostrado promissora para investigações deste gênero, pois permite a obtenção de vários dados sobre a microestrutura interna de materiais sem demandar preparação especial das amostras. Contudo, para que se obtenha uma boa resolução espacial, a técnica demanda amostras de tamanho reduzido, o que esbarra na questão da representatividade, uma vez que as normas brasileiras apresentam corpos de prova normalizados com dimensões a partir de (5x10) cm, a qual supera a capacidade de leitura do equipamento utilizado na presente pesquisa. Para viabilizar os ensaios de microtomografia de raios X, e a fim de se evitar problemas recorrentes da amostragem, foram produzidos corpos de prova com dimensões de (2x4) cm, moldados com argamassa produzida de acordo com os parâmetros especificados na NBR 7215 (ABNT, 1996), utilizando o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V). Foram realizados ensaios de rompimento à compressão, tendo também sido calculado o percentual de porosidade total, para as duas dimensões de corpos de prova, a partir da relação entre densidade real e volumétrica, obtidas pelas técnicas de picnometria de hélio e picnometria de mercúrio, respectivamente. Os resultados apontaram uma resistência à compressão um pouco maior e um percentual de porosidade um pouco menor para os CPs de (2x4) cm. Na análise sobre a estrutura de poros, foi observada uma boa aproximação entre os valores de porosidade total, obtidos pelos dois métodos adotados. Os cálculos de porosidade e demais parâmetros morfológicos, realizados a partir das leituras com o microtomógrafo no corpo de prova de (2x4) cm, foram executados considerando diferentes regiões do mesmo, no intuito de simular um processo de amostragem. A análise dos resultados indicou que a estrutura de poros apresenta variações ao longo da seção do corpo de prova.

Palavras-chave: microtomografia de raios X; picnometria; porosidade; compósitos de matriz de cimento Portland.

ABSTRACT

The composites with Portland cement matrix have an internal pore network, which distribution system is strongly influenced by production factors, as strength, molding and curing. The pore structure has a directly impact on the physical properties of materials, such as compressive strength. Although exist many techniques for measurement and characterization of pore structures, the X-ray microtomography has shown promise for this kind of investigations, because it allows to obtain informations of the materials internal microstructure without requiring special preparation of the samples. However, in order to obtain a good spatial resolution, the technique demands small size samples, which opposes the issue of representativeness, once Brazilian standards have specimens with dimensions with (5x10) cm, that exceeds the reading capacity of the equipment used in this research. In order to facilitate the X-ray microtomography test, and in order to avoid recurring problems of sampling, were produced specimens with dimensions of (2x4) cm, molded with mortar produced according to the parameters specified in the NBR 7215 (ABNT, 1996), using Portland cement high early strength. Compression tests were performed and the percentage of total porosity has also been calculated, for the two dimensions of specimens, from the relationship between true density and bulk density, got by techniques helium pycnometry and mercury pycnometry, respectively. The results indicated a slightly higher compressive strength and slightly lower percentage of porosity for the specimens of (2x4) cm. In the pore structure analysis, it was observed a good approximation between the total porosity values, obtained by the two methods adopted. The calculations of porosity and other morphological parameters, made from the readings with microtomography equipment in the specimen of (2x4) cm, were performed considering its different regions, in order to simulate the process of sampling. The results indicated that the pore structure varies along the section of the specimen.

Keywords: X-ray microtomography; picnometry; porosity; Portland cementitious matrix composites.

1

INTRODUÇÃO

Os compósitos são materiais constituídos de duas ou mais fases, sendo a fase predominante denominada matriz e as fases secundárias denominadas reforço ou carga.

Na constituição dos compósitos de matriz de cimento Portland são observadas, basicamente, três partes distintas: pasta de cimento, agregado e zona de transição pasta/agregado. Apesar da aparência sólida, trata-se de materiais com uma rede interna de poros, que podem conter líquidos ou gases em seu interior.

O próprio processo produtivo favorece a formação dessa estrutura essencialmente porosa. Para garantir a trabalhabilidade, a quantidade de água utilizada é maior que a necessária para a hidratação dos grãos de cimento. Durante a secagem da massa, esta água excedente se evapora deixando vazios na estrutura. Além disto, há uma incorporação de bolhas de ar durante o processo de mistura, o que corrobora também para esta porosidade.

Devido às dimensões dos poros variarem desde alguns angstroms até vários micrometros, bem como as suas formas serem bastante irregulares, as técnicas utilizadas no seu estudo empregam desde operações e equipamentos simples até bastante sofisticados (CAMPITELI, 1987).

Existem várias técnicas que podem ser utilizadas para caracterização da estrutura de vazios dos materiais. Algumas utilizam princípios físicos como a porosimetria de mercúrio, adsorção de nitrogênio, relação entre densidades obtidas pelas picnometria de hélio e mercúrio etc. Outras se valem da análise de imagens, como, por exemplo, a microscopia óptica,

microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), a tomografia de raios X ou raios gama e a ressonância magnética nuclear.

De acordo com Pessôa (2011), a análise de imagens, possibilita o relacionamento entre a microestrutura do material com suas propriedades físicas e mecânicas, sendo uma ferramenta para investigação da estrutura e morfologia em escala microscópica.

A microtomografia computadorizada de raios X foi desenvolvida baseada na tomografia, porém para análise de pequenas amostras. A literatura mostra serem recentes os estudos de análise da microestrutura de poros de compósitos cimentícios utilizando esta técnica. Contudo, os resultados se mostram favoráveis a sua adoção neste tipo de investigação.

A técnica é capaz de fornecer uma diversidade de informações sobre a microestrutura da amostra, como volume de poros total, volume de poros aberto (permeabilidade), índice de fragmentação de poros, dimensão fractal, tamanho médio de poros, presença de microfissuras, entre outros.

Um ponto crítico, quando se trabalha com a microtomografia de raios X, é a relação entre o tamanho da amostra e resolução espacial. Um tamanho pequeno de amostra é crucial para uma alta resolução espacial. No entanto, trabalhar com amostras pequenas esbarra na questão da representatividade, uma vez que o volume da amostra deve conter as propriedades de todo o conjunto, a fim de se obter uma estimativa aceitável das propriedades gerais do material (GY, 1994 *apud* CNUDD, 2011).

Os estudos, envolvendo a análise da estrutura de poros de compósitos de matriz cimentícia pelo uso da microtomografia de raios X, valem-se das mais diversas técnicas para amostragem destes materiais.

É de comum acordo que a amostragem terá influência direta nos resultados finais, e que é preciso buscar uma representatividade durante este processo. Contudo nem sempre os estudos abordam ou comprovam a eficiência da metodologia de amostragem adotada, quanto ao alcance desta representatividade. Desta forma, muitos métodos de amostragem vão sendo replicadas em diversos estudos sem que haja a certeza ou informações que norteiem a escolha do melhor processo.

No intuito de evitar as influências referentes à amostragem, neste estudo foram produzidos corpos de prova com dimensões apropriadas para a realização das leituras no microtomógrafo

de raios X. Os devidos cuidados foram tomados na moldagem destes corpos de prova, de modo que apresentassem propriedades físicas e mecânicas similares ao CP normalizado de (5x10) cm.

1.1 Importância e justificativa

No estudo da microestrutura dos compósitos de matriz cimentícia, a porosidade tem especial destaque por influenciar muitas de suas propriedades como dureza, módulo de elasticidade, resistência à compressão e permeabilidade. Contudo, para sua real compreensão, é importante que a porosidade seja analisada levando em consideração outros parâmetros referentes à estrutura de poros como distribuição, tamanho e conectividade.

Embora existam muitas técnicas consolidadas para mensuração e caracterização da estrutura de poros, a exemplo da porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP), adsorção de nitrogênio e microscopia eletrônica de varredura (SEM), a utilização destas técnicas de forma isolada não é capaz de promover uma compreensão mais apurada desta estrutura. Além disto, cada técnica possui seu erro associado, sua faixa de análise e padrão de preparação da amostra, e estas variáveis podem se tornar um fator complicador durante a análise e comparação dos resultados.

Neste sentido, o uso da microtomografia de raios X (μ -CT) tem contribuído de modo a facilitar o estudo da estrutura de poros dos materiais, pois permite a obtenção de dados sobre a microestrutura interna de materiais sem demandar preparação especial das amostras.

Apesar de sua criação e utilização não serem recentes, somente na última década estudos envolvendo sua aplicação para investigação sobre a estrutura de poros de materiais cimentícios começaram a ser difundidos, havendo assim uma grande demanda para estudos sobre o assunto.

1.2 Objetivo geral

Esta pesquisa pretende realizar uma investigação sobre a estrutura de poros de um compósito de matriz cimentícia. Para tanto será utilizada a técnica de microtomografia de raios X.

O compósito em questão será uma argamassa, produzida de acordo com os parâmetros especificados na NBR 7215 (ABNT, 1996), utilizando o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V).

1.3 Objetivos específicos

Este estudo tem como objetivos específicos:

- a) Preparar corpos de prova cilíndricos com dimensões reduzidas para serem examinados por meio da microtomografia de raios X, e avaliar o efeito desta redução nos resultados de resistência mecânica à compressão, quando comparados aos corpos de prova normalizados com dimensão de (5x10) cm;
- b) avaliar e comparar os percentuais de porosidade total, presentes nas duas dimensões de corpos de prova estudadas, calculados a partir da relação entre densidades real e volumétrica, que por sua vez foram obtidas pelos ensaios de picnometria e hélio e mercúrio, respectivamente;
- c) avaliar a microestrutura de poros dos corpos de prova com dimensão de (2x4) cm utilizando a técnica de microtomografia de raios X;
- d) comparar e avaliar os resultados de porosidade total obtidos pela microtomografia de raios X e relação entre densidades (obtidas por picnometria de hélio e mercúrio).

1.4 Estrutura do trabalho

Este trabalho encontra-se estruturado em cinco capítulos.

No capítulo 2, é feita uma revisão bibliográfica, na qual se procura fornecer uma visão geral dos tópicos de maior relevância deste estudo. Primeiramente, são apresentados os conceitos básicos relacionados à constituição dos compósitos de cimento Portland, com especial enfoque à sua estrutura de poros, além das técnicas para investigação desta estrutura com ênfase na microtomografia de raios X e seus fundamentos. Em um segundo momento, são abordadas questões referentes à amostragem e representatividade do material para estudos sobre a estrutura de poros, e o efeito do tamanho dos corpos de prova nos ensaios de caracterização mecânica.

No capítulo 3, são descritos os materiais e os métodos utilizados. Nele, será apresentado o plano experimental, englobando o número de corpos de prova a serem confeccionados e a descrição do seu processo de produção, além do método utilizado para a preparação das amostras para cada ensaio executado.

No capítulo 4, são apresentados os resultados obtidos para cada ensaio executado e realizada uma análise dos mesmos. Estes resultados são apresentados de modo a possibilitar uma análise comparativa entre a resistência mecânica e porosidade total dos CPs com dimensão de (5x10) cm e (2x4) cm, e dos parâmetros relativos à estrutura de poros, obtidos por microtomografia de raios X para o corpo de prova de (2x4) cm, levando em consideração a seleção de diferentes regiões de análise, ao longo da seção do corpo de prova.

O capítulo 5 apresenta as conclusões, e no capítulo 6 são apresentadas as referências bibliográficas deste estudo.

2

REVISÃO DE LITERATURA

O presente capítulo dedica-se à compreensão sobre os aspectos que influenciam a formação da estrutura de poros dos compósitos de matriz de cimento Portland, e suas implicações na resistência mecânica do material. Aborda as técnicas de investigação sobre a estrutura de poros, com especial destaque para a microtomografia computadorizada de raios X (μ -CT) e picnometrias de hélio (He) e mercúrio (Hg), além de ressaltar a importância da amostragem neste tipo de investigação e a influência do tamanho dos corpos de prova nos resultados finais de resistência à compressão.

2.1 – Compósitos de cimento Portland

Os compósitos são materiais constituídos de duas ou mais fases, sendo a fase predominante denominada matriz e as fases secundárias denominadas reforço ou carga.

Com esta mistura, busca-se a obtenção ou melhoria de propriedades que estes materiais, separadamente, não possuem. No caso dos compósitos de cimento Portland, a carga é constituída por partículas de agregados com variados tamanhos, formas e origens mineralógicas, envoltas por uma matriz de pasta de cimento¹, sendo o concreto, a argamassa e o graute exemplos bastante usuais.

¹ Embora Neville (1997) defina cimento como todo material com propriedades adesivas e coesivas capaz de unir fragmentos de minerais entre si de modo a formar um todo, no presente trabalho o termo cimento e suas variações (cimentante, cimentício etc.) remetem exclusivamente ao cimento Portland.

A NBR 12655 (ABNT, 2006) define o concreto como sendo um material formado pela mistura homogênea de cimento, agregados miúdo e graúdo e água, com ou sem a incorporação de componentes minoritários (aditivos químicos e ou adições minerais), que desenvolvem suas propriedades pelo endurecimento da pasta de cimento (cimento e água).

De acordo com Carasek (2010), argamassas são materiais com propriedades de aderência e endurecimento, obtidos a partir da mistura homogênea de um ou mais aglomerantes², agregado miúdo (areia) e água, podendo conter ainda aditivos e adições minerais.

Na literatura inglesa, o termo *grout* é remetido a argamassas e concretos fluidos utilizados para preenchimento de vazios. Já no entendimento das literaturas técnicas brasileiras, há diferenças entre argamassas de preenchimento, concreto fluido e o graute. Para que um compósito seja definido como graute é necessário que ele possua características específicas como consistência fluida, capacidade de auto-adensamento, altas resistências iniciais e finais e retração e expansão controladas. De acordo com as especificações técnicas de fabricantes, o graute é composto de cimento Portland, agregados minerais selecionados e aditivos químicos, sendo estes últimos os responsáveis pela obtenção das características desejadas a este compósito.

A possibilidade de ser moldado, quando no estado fresco, confere uma versatilidade para a aplicação do material que, aliada à relativa facilidade de preparação e disponibilidade dos componentes que o constituem, tornam os compósitos cimentícios tão populares no ramo construção civil.

2.1.1 – Materiais constituintes

A seguir, será apresentada uma sucinta descrição das principais características dos materiais utilizados na produção destes compósitos.

a) Cimento Portland

O cimento Portland é um aglomerante hidráulico, ou seja, suas reações se iniciam quando seus grãos são hidratados, formando subprodutos que, após o endurecimento da pasta, são resistentes às ações da água.

² Para o referido estudo, o aglomerante será o cimento Portland.

O processo de hidratação do cimento Portland pode ser entendido como a estabilização pela água dos minerais do clínquer, metaestáveis a temperatura ambiente, gerando um arranjo mineralógico distinto, constituído predominantemente por fases de baixa cristalinidade como o C-S-H (proporções variáveis de CaO, SiO₂, e H₂O), etringita (Ca₃Al₂O₆.3CaSO₄.32H₂O) e portlandita (Ca(OH)₂) (KIHARA e CENTURIONE, 2005).

Seu principal constituinte é o clínquer, o qual é obtido pelo processo de calcinação, a aproximadamente 1450 °C, da mistura de calcário e argila e possíveis adições de corretivos químicos de natureza silicosa, aluminosa ou ferrífera.

A rocha calcária é extraída das jazidas, britada e moída, sendo então misturada, em proporções definidas pelo fabricante, com a argila, também moída, formando uma mistura denominada “cru”. Após o processo de homogeneização essa mistura é submetida a um forno giratório com temperaturas internas que alcançam, em média, 1450 °C. Esta calcinação proporciona a formação do clínquer, o qual é retirado do forno e resfriado bruscamente para uma temperatura entre 50 °C e 70 °C. Este material, que se apresenta em forma de pelotas, passa por um processo de moagem final juntamente com o gesso, que tem por finalidade regular o tempo inicial de pega, e outras adições como escórias minerais, pozolanas, filler calcário, em proporções definidas de acordo com as características e tipo de cimento que se deseja obter. A Fig.1 ilustra o processo de produção do cimento.

b) Agregados

A NBR 9935 (ABNT, 2011) define o agregado como um material granular, geralmente inerte, de dimensões e propriedades adequadas para a produção de argamassa e concreto, sendo esta uma visão do agregado como um material de enchimento dentro de uma avaliação macroestrutural.

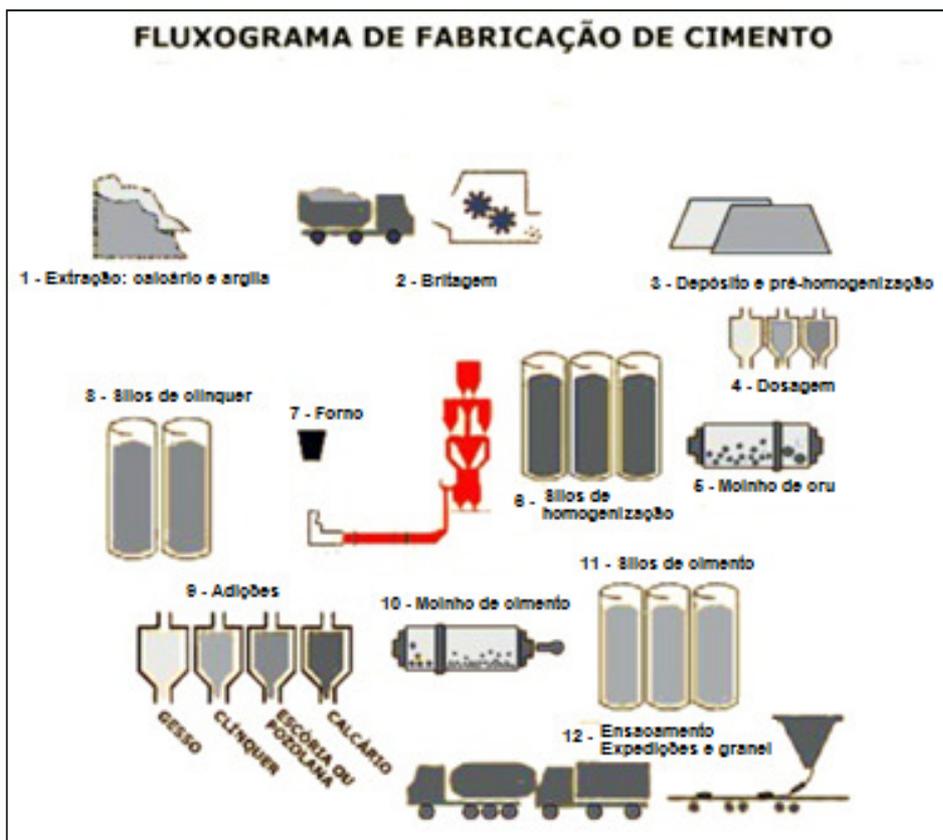


Fig. 1 – Processo de fabricação do cimento
 Fonte: Ciplan on line³.

Entretanto, estudos sobre a microestrutura dos compósitos cimentícios nos mostram que os agregados tem um papel muito mais importante, em sua constituição, do que a simples função de preenchimento. Na Fig.2, estão relacionadas as principais características dos agregados e as propriedades dos compósitos que podem ser influenciadas pelos mesmos.

Quanto às suas características, a NBR 7211 (ABNT, 2009) determina que os agregados devam ser compostos por grãos minerais duros, compactos, estáveis, duráveis e limpos e não devem conter substâncias de natureza e quantidade que possam afetar a hidratação e o endurecimento do cimento, a proteção da armadura contra a corrosão, a durabilidade ou, quando for requerido, o aspecto visual externo do concreto.

³ http://www.ciplan.com.br/producao_cimento1.cfm (acessado em 25/09/2011).

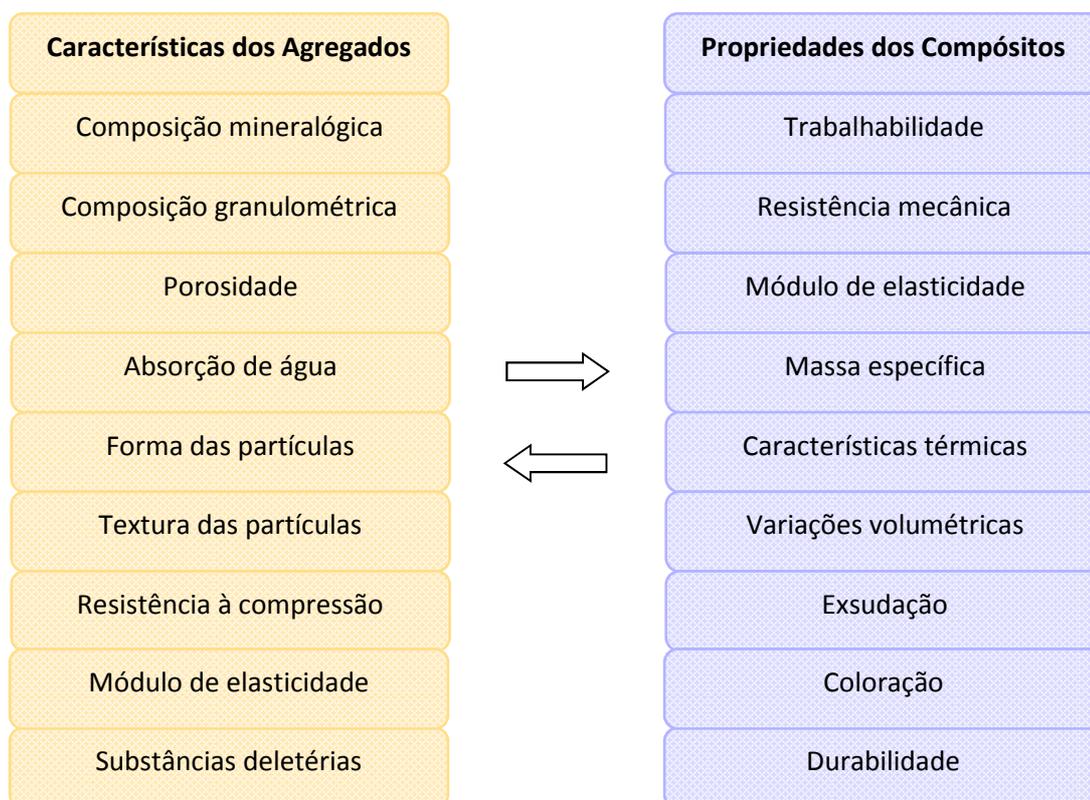


Fig. 2 – Características dos agregados versus propriedades do concreto
 Fonte: Adaptado de MAGALHÃES (2007).

A respeito de suas dimensões, a NBR 7211 (ABNT, 2009) traz as seguintes definições:

- Agregados Miúdos: agregados cujos grãos passam pela peneira com abertura de malha de 4,75 mm, em ensaio realizado de acordo com a NBR NM 248 (ABNT, 2003), com peneiras definidas pela NBR NM ISO 3310-1 (ABNT, 2010).
- Agregados Graúdos: agregados cujos grãos passam pela peneira com abertura de malha de 75 mm e ficam retidos na peneira com abertura de malha de 4,75 mm, em ensaio realizados de acordo com a NBR NM 248 (ABNT, 2003), com peneiras definidas pela NBR NM ISO 3310-1 (ABNT, 2010).

O conhecimento da composição mineralógica do agregado ajuda a identificar se determinados elementos químicos, capazes de provocar reações indesejáveis com o aglomerante de cimento Portland, estão presentes acima dos níveis de segurança aconselháveis, além de dar indicativos de muitas de suas propriedades físico-mecânicas (MAGALHÃES, 2007).

c) Aditivos e Adições

Os aditivos e adições têm a capacidade de alterar propriedades dos compósitos, tanto no estado fresco quanto no endurecido. De acordo com Mehta e Monteiro (2008), estes materiais são geralmente usados para melhorar a trabalhabilidade, acelerar ou retardar o tempo de pega, controlar o desenvolvimento da resistência e intensificar a resistência à ação do congelamento, fissuração térmica, expansão álcali-agregado, ataque por sulfato e corrosão de armadura.

Nos dias atuais, a maior parte das adições minerais são resíduos provenientes de outras indústrias, os quais seriam normalmente descartados em grandes quantidades, gerando risco de contaminação do solo e fontes de água. Além disto, o uso destas adições, em geral, resulta na produção de materiais cimentícios com melhores características técnicas, já que modificam a estrutura interna da pasta de cimento hidratada (DAL MOLIN, 2005). Os principais efeitos, provenientes do uso das adições, encontram-se esquematizados na Fig.3. Estas podem ser classificadas em: material pozolânico, material cimentante e filler.

Hartmann *et al.* (2011) definem aditivos como produtos químicos adicionados ao cimento, à argamassa ou ao concreto, para modificar uma ou mais propriedades das misturas cimentícias.

Nos últimos anos, a indústria química moderna disponibilizou no mercado uma ampla série de aditivos, o que permitiu um avanço na indústria dos compósitos cimentícios (MARTIN, 2005). Dentre os principais tipos de aditivos para compósitos cimentícios pode-se citar:

- aditivos que melhoram a trabalhabilidade;
- aditivos que modificam a pega;
- aditivos incorporadores de ar;
- aditivos inibidores de corrosão;
- aditivos redutores de retração;
- aditivos para concretagem subaquáticas;
- aditivos polifuncionais.

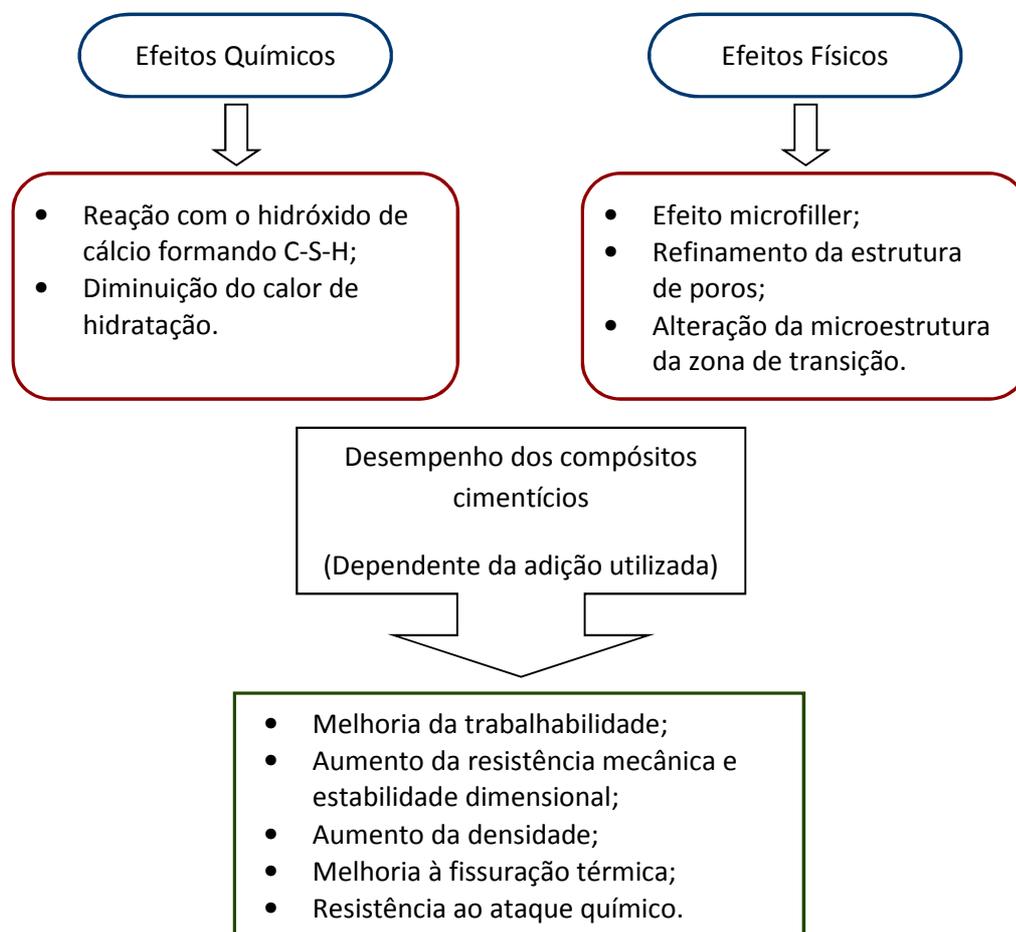


Fig. 3 – Efeitos das adições nas propriedades dos compósitos cimentícios
 Fonte: Adaptado de DAL MOLIN (2011) e MEHTA e MONTEIRO (2008).

d) Água

A NBR 15900-11 (ABNT, 2009) traz os parâmetros da água para amassamento do concreto⁴, sendo que, a água potável é considerada excelente para este fim. Nos casos em que seja necessário o uso de fontes não potáveis, é necessário que levar em consideração os elementos presentes na mesma, pois podem afetar as propriedades finais dos compósitos.

⁴ Os mesmos parâmetros se aplicam à produção dos demais compósitos cimentícios.

2.1.2 – Estrutura

Nos compósitos de cimento Portland é possível identificar três regiões distintas: matriz cimentícia, agregados e zona de transição pasta/agregado. Os compósitos que possuem em sua constituição o agregado graúdo tornam o estudo detalhado da zona de transição ainda mais importante, devido à grande influência da mesma em suas características mecânicas finais. Por sua vez, a matriz cimentícia e a zona de transição possuem uma fase sólida permeada de vazios contendo líquidos e gases.

De acordo com Mehta e Monteiro (2008), a fase sólida é constituída essencialmente pelo silicato de cálcio hidratado (C-S-H), que representa aproximadamente 50 a 60% do volume de sólidos, pelo hidróxido de cálcio ou portlandita, que constitui 20 a 25% do volume, pelo sulfoaluminato de cálcio, que ocupa 15 a 20%, por frações menores de outros produtos de hidratação e pelos grãos de clínquer não hidratados, cuja quantidade dependerá da distribuição do tamanho das partículas de cimento anidro e do grau de hidratação.

Durante a constituição da fase sólida, há a formação de filmes de água em torno das superfícies dos agregados, o que promove uma relação água/cimento (a/c) maior nestes locais do que na matriz cimentícia. Nestas regiões, onde o a/c é mais elevado, nota-se a formação de cristais maiores de etringita e hidróxido de cálcio e, portanto, uma estrutura mais porosa. Com a evolução do processo de hidratação, há a formação de C-S-H pouco cristalino e uma segunda formação de cristais menores de etringita e hidróxido de cálcio que preencherão parte dos espaços vazios dos grandes cristais, formados inicialmente. A Fig.4 mostra uma imagem feita por microscópio eletrônico de varredura (MEV) e uma representação diagramática da zona de transição na interface pasta-agregado de um compósito de cimento Portland.

O processo descrito é um modelo simplificado da formação da fase sólida dos compósitos de cimento Portland. Entretanto, uma série de reações ocorre no sistema com a formação de subprodutos provenientes de reações primárias que, combinados com outros subprodutos, darão origem a produtos estáveis os quais constituirão a fase sólida do compósito endurecido. O Quadro 1 mostra os subprodutos formados no processo de hidratação do cimento Portland.

Sobre os vazios dos compósitos, segundo Mehta e Monteiro (2008), estes podem ocorrer na forma de:

- Espaço interlamelar no C-S-H, o qual, devido à sua dimensão ínfima (na ordem de 5 Å a 25 Å), não atua de forma expressiva na diminuição da resistência e aumento da

permeabilidade da massa, mas pode contribuir na retração por secagem e fluência dos compósitos nos casos onde, sob alguma condição, a água presa pelas pontes de hidrogênio seja removida;

- Vazios capilares, que correspondem aos espaços não preenchidos pelo cimento ou pelos seus produtos de hidratação, sendo que, em misturas com fatores água/cimento (a/c) mais altos, os tamanhos dos poros também são maiores, quando comparados às misturas com relação a/c mais baixas;
- Vazios por ar incorporado, os quais possuem forma esférica, diferentemente dos vazios capilares, que são irregulares. Este ar pode ser aprisionado durante o processo de mistura ou incorporado pelo uso de aditivos específicos para este fim.

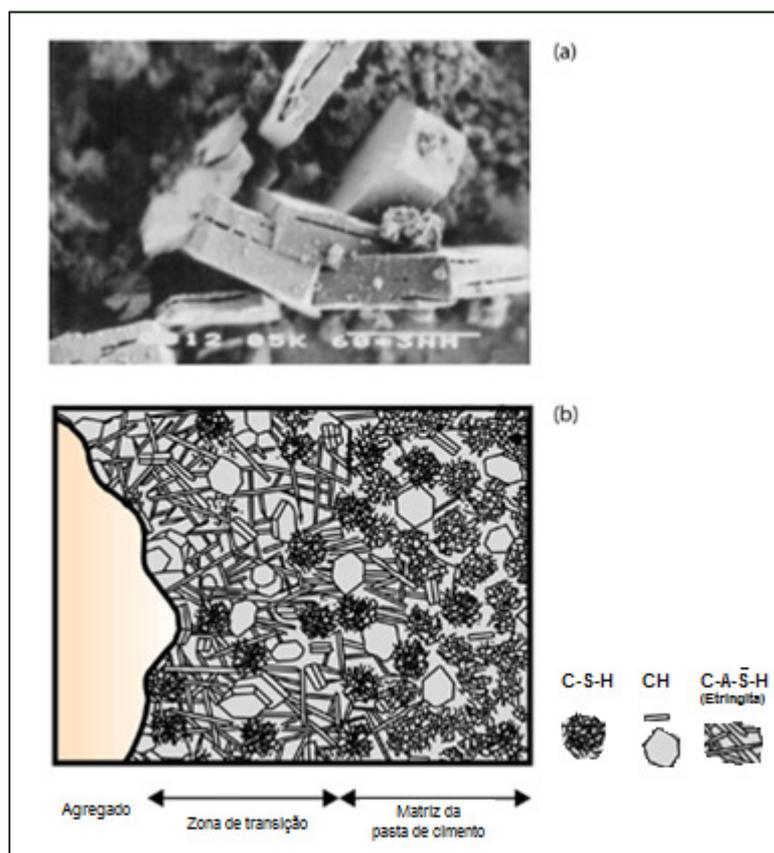


Fig. 4 – Interface pasta/agregado

- a) Imagem obtida por MEV dos cristais de hidróxido de cálcio na zona de transição
 b) Representação diagramática da zona de transição e da matriz da pasta de cimento

Fonte: MEHTA e MONTEIRO, 2008, p. 43.

Quadro 1 – Produtos de hidratação do cimento Portland comum

Espécie química	Fórmula	Representação	Observações
Silicato de cálcio hidratado Gel Hidratado	$x\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$	C-S-H	Forma-se com substituintes na estrutura (Al^{3+} , SO_4^{2-}). O importante é a relação C/S que varia com a composição do cimento e condições de hidratação.
Hidróxido de cálcio (Portlandita)	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	CH	É produto de hidratação dos silicatos; um pequeno teor pode provir da cal livre, hidratada no armazenamento.
Hidróxido de magnésio (Brucita)	$\text{Mg}(\text{OH})_2$	MH	Forma-se do MgO presente como periclásio nas idades iniciais. Transforma-se em seguida na hidrotalcita.
Aluminato tricálcio hexahidratado (Hidrogranada)	$\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$	C_3AH_6	Produto estável de hidratação do C_3A . O Al é em parte substituído pelo Fe na hidratação do C_4AF .
Aluminato tetracálcio hidratado	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 19\text{H}_2\text{O}$	C_4AH_{13}	Produtos metaestáveis de hidratação do C_3A ; transforma-se no C_3AH_6 . O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} na estrutura, quando formado do C_4AF .
Aluminato dicálcio octahidratado	$2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	C_2AH_8	
Trissulfoaluminato de cálcio hidratado (Etringita) (Aft)	$6\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SO}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ou $[6\text{CaO} \cdot (\text{AlOH})_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}] (\text{SO}_3)_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_6\text{A}\dot{\text{S}}_3\text{H}_{32}$ ou $\text{C}_6(\text{A},\text{F})\dot{\text{S}}_3\text{H}_{32}$	Produto de reação entre C_3A e a gipsita ou anidrita, formado nas primeiras idades. O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} quando formado do C_4AF . Pode incorporar também Si^{4+} na estrutura.
Monossulfoaluminato de cálcio hidratado (AFm)	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	$\text{C}_4\text{A}\dot{\text{S}}\text{H}_{12}$ ou $\text{C}_4(\text{A},\text{F})\dot{\text{S}}\text{H}_{12}$	Forma-se a partir da etringita. O Fe^{3+} substitui o Al^{3+} quando formado do C_4AF .
Hidrotalcita	$[\text{Mg}_{0,75}\text{Al}_{0,25} \cdot (\text{OH})_2] (\text{CO}_3)_{0,25} \cdot (\text{H}_2\text{O})_{0,5}$ (hidrotalcita natural)	$[\text{M}_{0,75}\text{A}_{0,25} \cdot (\text{OH})_2] \dot{\text{C}}_{0,12} \cdot \text{H}_{0,5}$	Os íons Mg^{2+} são substituídos por Al^{3+} e Fe^{3+} e as cargas positivas são balanceadas por ânions, p.ex., CO_3^{2-} . As moléculas de H_2O ocupam pontos interlamelares.

Fonte: CINCOTTO, 2011, p.386.

Parte da água utilizada no processo de emassamento se evapora durante o processo de cura, enquanto a água remanescente pode ocorrer de diferentes formas, sendo estas: água capilar, água adsorvida, água interlamelar e água quimicamente combinada.

A água capilar está presente em vazios maiores que 50 \AA e não sofre influência de forças de atração exercidas pelas superfícies sólidas. A água adsorvida é a que se encontra próxima à superfície dos sólidos, sofrendo forças de atração. A água interlamelar é aquela que se encontra associada à estrutura do C-S-H. Já, a água quimicamente combinada é aquela que está integrada na microestrutura dos diversos produtos de hidratação do cimento (MEHTA e MONTEIRO, 2008).

A idade dos compósitos é um fator que deve ser levado em consideração na avaliação de sua microestrutura. As reações são mais intensas nas primeiras horas após a hidratação do cimento, onde há maiores mudanças na estrutura do material, inclusive perceptíveis a olho nú. Ao fim da primeira semana de idade, as reações se tornam mais lentas. Porém, mesmo após a resistência à compressão prevista ser atingida, que geralmente ocorre até os 28 primeiros dias, as reações pelo processo de hidratação continuam durante meses. Com base nestas informações, Paulon (2005) expõe que no estudo de um compósito, em processo de hidratação, sob condições específicas, não será gerada uma simples microestrutura, mas um conjunto sucessivo de microestruturas com diferentes estágios de desenvolvimento.

2.2 – Estrutura de poros

As propriedades estruturais, fundamentais para a descrição dos materiais porosos, são: a quantidade total de poros, a área superficial específica e a distribuição dos poros por tamanhos (CAMPITELI, 1987). Além destas, pode-se citar o formato dos poros e sua conectividade.

A porosidade é definida pela fração do volume total de uma amostra a qual é ocupada por poros ou espaços vazios. Pode ser classificada como porosidade fechada, quando os vazios não se comunicam entre si, ou porosidade aberta, quando os vazios se comunicam por canais ou capilares de diâmetro variável.

A área superficial específica (ASE) é dada pela relação entre a superfície interna presente no material (parede dos poros) por unidade de massa (SANTANA *et al.*, 2012). A ASE de um

material é influenciada não somente pela distribuição granulométrica das partículas, mas também pela sua forma e rugosidade superficial, bem como pela distribuição de poros existente (MAGALHÃES, 2007). Seu valor é inversamente proporcional ao diâmetro médio do poro, ou seja, estruturas com poros pequenos apresentam valores de ASE superiores às aquelas com macroporos.

A distribuição dos poros por tamanho é o enquadramento de uma fração de poros em uma faixa de grandeza dimensional. O tamanho de poros é expresso em termos do diâmetro (ou raio) da abertura, assumindo ser cilíndrico, ou de largura (ou meia-largura) da fenda (AMGARTEN, 2006). Segundo Santana *et al.* (2012), a distribuição do volume de poros em função do diâmetro dos poros mostra de que modo o grupo de poros contribui para a porosidade total do sistema. A Tabela 1 mostra a classificação, segundo a IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) para as faixas de tamanho de poros.

Tabela 1 – Classificação IUPAC para tamanho de poros

Classificação dos poros	Limite (nm)	
	Inferior	Superior
Microporos	0	≤ 2
Mesoporos	> 2	≤ 50
Macroporos	> 50	≤ 7.500
Megaporos	> 7.500	-

Fonte: Adaptado de BRANDÃO (2011).

O formato do poro está relacionado com a sua geometria. Já a conectividade é uma propriedade geométrica que oferece informações sobre a estrutura do espaço de poro de um volume isolado (ARCARO, 2009) e é definida como o número de curvas fechadas independentes que podem ser (continuamente) contraídas até um ponto sem deixar o volume (RHINES, 1969 *apud* VASCONCELOS, 1997). Em outras palavras, a conectividade pode ser interpretada como o número máximo de ramificações que podem ser removidos sem separar a estrutura em partes desconexas (ARCARO, 2009).

O sistema de distribuição de poros dos compósitos de cimento Portland é fortemente influenciado por fatores como dosagem (principalmente relação água/cimento) e cura, além da quantidade e tipo de adições e aditivos (PAULON, 2005).

A importância do fator água cimento (a/c) pode ser comprovada pela NBR 6118 (ABNT, 2007), onde são definidos os valores máximos deste fator para diferentes estruturas expostas a ambientes com diferentes níveis de agressividade. Conforme pode ser observado no Quadro 2 e Quadro 3, as estruturas expostas a graus mais elevados de agressividade devem ter seus compósitos elaborados com um fator a/c mais baixo, para que haja uma menor formação de vazios capilares e por consequência se obtenha uma estrutura menos permeável.

Quadro 2 – Classes de agressividade ambiental

Classe de agressividade ambiental	Agressividade	Classificação geral do tipo de ambiente para efeito de projeto	Risco de deterioração da estrutura
I	Fraca	Rural Submersa	Insignificante
II	Moderada	Urbana ^{1) 2)}	Pequeno
III	Forte	Marinha ¹⁾ Industrial ^{1) 2)}	Grande
IV	Muito forte	Industrial ^{1) 2)} Respingo de maré	Elevado

- 1) Pode-se admitir um microclima com uma classe de agressividade mais branda (um nível acima) para ambientes internos secos (salas, dormitórios, banheiros, cozinhas e áreas de serviço de apartamentos residenciais e conjuntos comerciais ou ambientes com concreto revestido com argamassa e pintura).
- 2) Pode-se admitir uma classe de agressividade mais branda (um nível acima) em: obras de região de clima seco, com umidade relativa do ar menor ou igual a 65%, partes da estrutura protegidas de chuva em ambientes predominantemente secos, ou regiões onde chove raramente.
- 3) Ambientes quimicamente agressivos, tanques industriais, galvanoplastia, branqueamento em indústrias de celulose e papel, armazéns de fertilizantes, indústrias químicas.

Fonte: NBR 6118 (ABNT, 2007).

Quadro 3 – Correspondência entre classe de agressividade e qualidade do concreto

Concreto	Tipo	Classe de agressividade			
		I	II	III	IV
Relação água/cimento em massa	CA	≤0,65	≤0,60	≤0,55	≤0,45
	CP	≤0,60	≤0,55	≤0,50	≤0,45
Classe de concreto (ABNT NBR 8953)	CA	≥ C20	≥ C25	≥ C30	≥ C40
	CP	≥ C25	≥ C30	≥ C35	≥ C40

- 1) O concreto empregado na execução das estruturas deve cumprir com os requisitos estabelecidos na ABNT NBR 12655.
- 2) CA corresponde a componentes e elementos estruturais de concreto armado.
- 3) CP corresponde a componentes e elementos estruturais de concreto protendido.

Fonte: NBR 6118 (ABNT, 2007).

Segundo Mehta e Monteiro (2008), o intuito da cura é evitar a perda de umidade e controlar a temperatura por um período suficiente para o compósito cimentício atingir um nível de resistência desejável. Deve-se manter a umidade de modo a não permitir que a água necessária para hidratação das partículas de cimento seja perdida para a atmosfera, evitando o aparecimento de vazios capilares por uma evaporação excessiva.

A Fig.5 (caso A) mostra como o grau de hidratação do cimento influencia no percentual de poros capilares presentes na estrutura do compósito, já a Fig.5 (caso B) mostra a variação da porosidade para diferentes fatores a/c .

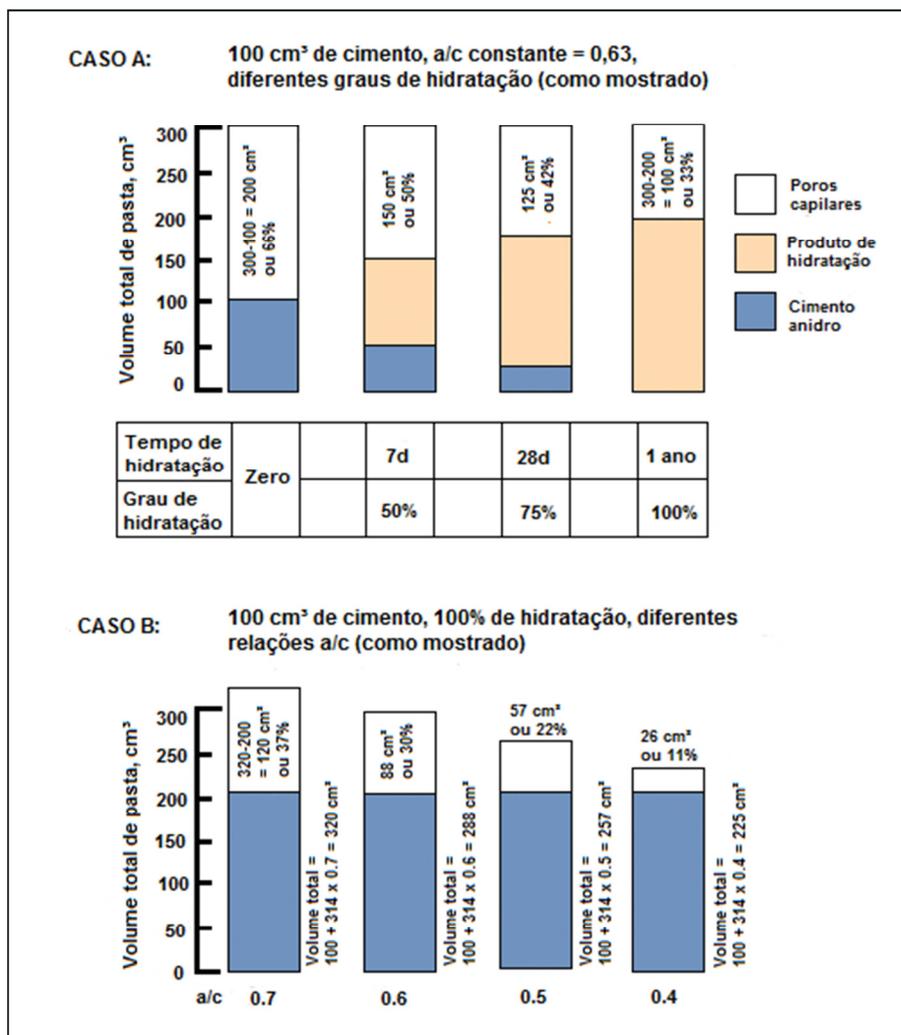


Fig. 5 – Modelo de Powers para variação na porosidade no concreto de acordo com grau de hidratação e fator a/c

Fonte: MEHTA e MONTEIRO, 2008, p.37.

2.2.1 – Relação entre porosidade e propriedades físicas

A resistência de um material é definida como sua capacidade de resistir a tensões sem ruptura. Nos sólidos, existe uma relação inversa fundamental entre porosidade e resistência (MEHTA e MONTEIRO, 2008). A Fig.6 mostra uma relação exponencial entre a resistência à compressão e o aumento da porosidade (diminuição da relação sólido/vazio).

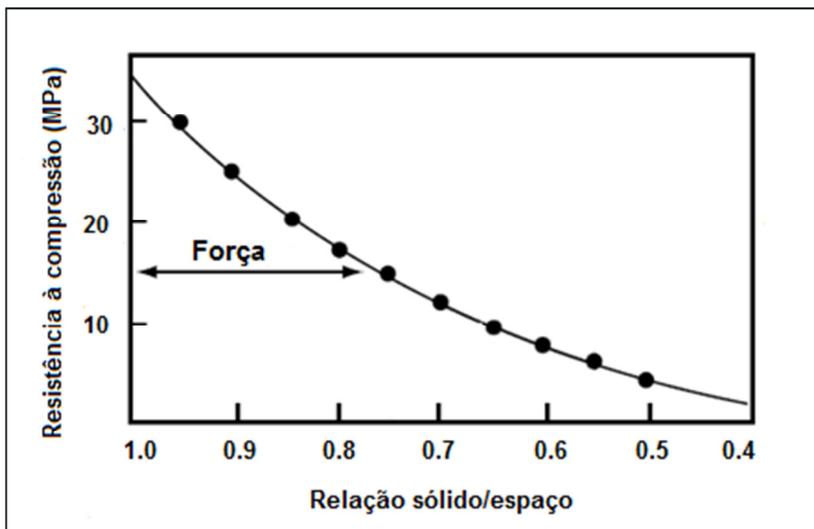


Fig. 6 – Modelo de Powers para relação entre porosidade e força de compressão
 Fonte: Adaptado de MEHTA e MONTEIRO (2008)

De acordo com Mehta e Monteiro (2008), as características elásticas de um material são uma medida de sua rigidez. Os materiais heterogêneos, como os compósitos cimentícios, tem seu comportamento elástico influenciado pela sua fração volumétrica e densidade. Uma maior porosidade implicará em uma redução de sua rigidez e por consequência, maiores deformações resultantes da aplicação de uma carga.

2.3 – Técnicas para investigação da estrutura de poros

Existem muitas técnicas que permitem investigar as propriedades dos poros, sendo que cada método pode destacar alguns aspectos, porém não todos (CAMPITELI, 1987). Este limite de abrangência faz com que estas técnicas sejam utilizadas de forma complementar nos estudos sobre a estrutura de materiais porosos. A Tabela 2 apresenta alguns destes métodos de acordo com o fenômeno envolvido.

Tabela 2 – Métodos utilizados para determinação das propriedades da estrutura de poros

Fenômeno envolvido	Método Empregado	Propriedade dos poros
Estereologia (Óptico)	Integração de fases	1
	Análise de linha	1
	Contagem de pontos	1
	Análise de interceptação	6; 7; 8; 9
	Divisão em séries	8; 9
Deslocamento de fluidos	Flutuação	1; 3
	Picnometria	1; 3
	Volumetria a gás	3
Fluxo de fluidos	Fluxo instantâneo de gás	2; 3
	Fluxo de fluidos em regime permanente	4; 6; 7a
Curvatura Interfacial	Porosimetria por pressão ou sucção	6b; 8
	Condensação capilar	3; 6b; 8
	Depressão no ponto de congelamento	6b; 8
Adsorção	Adsorção de gases ou vapores	5; 6; 7c
	Adsorção de solução	6; 7c
	Efeito de peneira molecular	5d
	Calor de molhagem	6
Outros	Condutância elétrica	4; 8e
	Atenuação de radiação	1
	Espalhamento de radiação	6; 7
	Calor de molhagem	3; 7
Propriedade dos poros:	Observações:	
1) Porosidade total;	a) Tamanho dos poros cilíndricos iguais, de mesmo volume total, fornecendo a mesma permeabilidade;	
2) Porosidade não acessível;	b) Calculado por integração;	
3) Porosidade aberta;	c) Calculado a partir da relação área/volume, se a porosidade for conhecida;	
4) Porosidade permeável;	d) Pode fornecer a distribuição dos microporos por tamanho;	
5) Volume de microporos;	e) Através do método de Astbury, baseado na cinética de molhagem.	
6) Área específica;		
7) Tamanho médio dos poros;		
8) Distribuição dos poros por tamanho;		
9) Forma dos poros.		

Fonte: HAYNES (1973) *apud* CAMPITELI 1987, p. 1; KULAKOWSKI, 2002, p. 16.

É importante salientar que nem sempre métodos diferentes de determinação da porosidade resultam em valores semelhantes. Isso porque os métodos tradicionais de determinação da porosidade geralmente alteram a estrutura da pasta de cimento, principalmente quando envolvem adição ou remoção de água (CARVALHO *et al.*, 2010).

2.3.1 – Estudos sobre a estrutura de poros de compósitos de cimento Portland

A seguir, são apresentados alguns exemplos de técnicas de investigação da estrutura de poros aplicadas aos compósitos de matriz de cimento Portland.

Para o estudo proposto, foram escolhidas as técnicas de picnometria de mercúrio (Hg) e gás hélio (He) e a microtomografia computadorizada de raios X (μ -CT), sendo estas apresentadas de forma mais detalhada.

a) Porosimetria de mercúrio

O método de porosimetria por intrusão de mercúrio (*MIP - Mercury Intrusion Porosimetry*) se destina a medir a quantidade e o tamanho dos poros.

Devido a sua tensão superficial, o mercúrio só penetrará nos poros quando submetido a pressões crescentes, cujos valores dependerão do tamanho destes poros. Sua faixa de análise é de aproximadamente 140 a 0,003 μm , embora estes valores difiram um pouco em algumas literaturas.

Embora a faixa de análise da MIP atenda a faixa de porosidade presente nos compósitos cimentícios (MAGALHÃES, 2007), esta técnica apresenta certas limitações para se estudar a estrutura de poros destes materiais, pois considera que todos os poros são cilíndricos e que estes se comunicam de um lado a outro da amostra. Desta forma, é assumido um modelo geométrico que não corresponde à configuração real destes compósitos. Diamond (2000) afirma que as curvas de distribuição de tamanho fornecidas pela MIP apresentam tamanhos de poros menores que os obtidos por outras técnicas.

Campitelli (1987) estudou a influência de diferentes tipos de adições, em diferentes teores, na porosidade e distribuição de poros em pastas de cimentos endurecidas, com idade de 90 dias, utilizando a MIP. Para a pasta de cimento padrão (sem adições e fator *a/c* de 0,40) foram encontrados valores de 2,49 g/cm^3 para massa específica, 37,2% de porosidade.

Cook e Hover (1999) utilizaram a MIP para mensurar a porosidade em 92 CPs (corpos de prova) de pasta de cimento endurecida, com variação de relações *a/c* (0,3; 0,4; 0,5; 0,6; e 0,7) e períodos de cura de 1, 3, 7, 14, 28 e 56 dias. Os resultados obtidos variaram entre 16% e 56% de porosidade, e os tamanhos de poros variaram de 20 μm a 2 nm, sendo que períodos de cura mais longos e fatores *a/c* mais baixos resultaram em menores porosidade e tamanho de poros.

Chen *et al.* (2007) utilizaram a técnica para mensurar o volume e diâmetro de poros de amostras submetidas a diferentes tempos de cura (0, 2, 7 e 21) e posteriormente expostas à câmara de carbonatação pelos períodos de 0, 3, 7, 21, 42 e 70 dias. Verificou-se que o volume de poros das amostras não curadas diminuiu consideravelmente com o tempo de exposição ao CO₂. Já as amostras curadas por 21 dias tem um pequeno incremento na porosidade com o aumento do tempo de carbonatação, devido ao surgimento microfissuras na pasta, causado pela formação do CaCO₃, o qual não possuía espaço suficiente para se organizar devido ao baixa volume de poros e pequenos diâmetros que as amostras curadas apresentavam. Quanto ao diâmetro de poros, foi constatado um incremento no percentual de poros com diâmetros maiores, comparado às amostras submetidas à cura.

b) Adsorção gasosa de nitrogênio

A adsorção gasosa é utilizada para a obtenção da área superficial específica, volume total, distribuição de tamanho e morfologia dos poros (sendo mais indicada para poros abaixo de 100 nm).

A técnica consiste em medir a quantidade de gás adsorvido em um meio poroso, em função da pressão relativa deste gás para uma dada temperatura ($P_{rel.} = P/P_0$), ou seja, a relação entre a pressão aplicada (P) e a pressão de saturação do gás na temperatura do experimento (P₀), sendo o nitrogênio o gás normalmente utilizado (MACHADO, 2005).

Amaral *et al.* (2012) utilizaram a técnica de adsorção de nitrogênio para caracterizar o volume específico e superfície específica de poros em argamassa de cimentos Portland CPIII-40-RS, com e sem adição de fibras de polipropileno, submetidas a duas condições térmicas (exposição à 300°C e sem exposição ao calor). A área superficial específica das amostras provenientes dos CPs com adição de fibras foram maiores comparadas com aquelas sem adição, para as duas condições térmicas. E a amostras submetidas ao tratamento térmico tiveram valores mais altos do que aquelas não submetidas, tendo a amostra com a adição o maior valor de todos. Já os resultados de volume específico de poros foram praticamente constantes.

Aono *et al.* (2007) mensuraram a área superficial específica, pela adsorção de nitrogênio, de pastas de cimento Portland comum, com fator a/c de 0,35, submetidas a diferentes tempos e umidade de cura, e a diferentes temperaturas (20°C, 30°C e 50°C). Foi constatado que os

valores decrescem para a condição de cura com temperaturas mais altas conjugadas com umidades mais baixas, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 – Densidade da pasta de cimento conforme condição de cura

Varição da cura	ρ real (g/cm ³)
cura úmida/ 4 semanas/ 20 °C	2,34
(Cura ar/ 5 dias/ 30 °C + cura úmida/ 2 dias/ 20 °C) x 4 ciclos	2,41
(Cura ar/ 5 dias/ 50 °C + cura úmida/ 2 dias/ 20 °C) x 4 ciclos	2,50
cura ar/ 4 semanas/ 50 °C	2,56

Fonte: Aono *et al.* (2007).

c) Estereologia

A estereologia se baseia na observação direta de uma seção da amostra. Trata-se de uma inferência estatística de um espaço tridimensional a partir de seções bidimensionais de um corpo. De acordo com Machado (2005), o primeiro requisito prático é que a seção do material em estudo deve poder ser preparada em uma forma adequada para estudo em microscopia ótica ou eletrônica.

d) Absorção de água por imersão

O método se destina a mensurar a porosidade aberta do material, o índice de vazios e a massa específica aparente. Para os cálculos, devem ser obtidos os valores da massa do corpo de prova seco em estufa, saturado em água e a massa da amostra imersa em água por pesagem hidrostática. A NBR 9778 (ABNT, 2009), E 394 (LNEC, 1993) e E 395 (LNEC, 1993), por

exemplo, descrevem procedimentos para este tipo de ensaio, tendo esta última a particularidade da aplicação de vácuo durante o processo de saturação.

Em seu estudo sobre concretos de alto desempenho, produzidos com teores de 0%, 5% e 15% de substituição de cimento por metacaulim, Oliveira (2007) utilizou três procedimentos normalizados para mensuração da absorção de água, sendo estes: NBR 12766 (ABNT, 1992), MB 2611 (ABNT, 2005), E 393 (LNEC, 1993). Todas as técnicas indicaram uma redução da absorção de água com o aumento do teor de metacaulim. Para a MB 2611 (ABNT, 2005), a redução da absorção de água dos concretos com teores de 5% e 15% de substituição de cimento por metacaulim, em relação ao concreto de referência, foi de 21,8% e 34,9%, respectivamente. Com a E393 (LNEC, 1993), na idade de 7 dias, a substituição de 5% e 15% ocasionou reduções no coeficiente de absorção de água por capilaridade, em relação ao concreto de referência, em torno de 8% e 25%, respectivamente.

Campitelli (1987), além da MIP, utilizou a técnica de imersão ao vácuo para determinação das massas específicas e porosidades abertas das amostras, que resultou em uma porosidade aberta de 28% para a amostra preparada com a pasta de cimento padrão.

e) Picnometrias

O volume total de vazios de um sólido pode ser calculado por meio da diferença entre a densidade volumétrica do sólido, obtida pela picnometria de mercúrio, e densidade real de sua parte sólida, obtida por meio da picnometria de hélio.

O ensaio de picnometria de Hg consiste na utilização de um frasco volumétrico, o qual é preenchido em sua totalidade com mercúrio, sendo feita na sequência sua pesagem. Uma amostra, de massa conhecida, é depositada no frasco, o que acarreta o deslocamento de um volume de mercúrio, após tal procedimento, o frasco é pesado novamente. De posse destes valores é possível calcular o volume de mercúrio deslocado, conforme mostrado na Eq. 1:

$$V_{Hg\ desl.} = \frac{(M_{(F+Hg1)} - M_f) - [M_{(F+Hg2+A)} - (M_A + M_F)]}{\rho_{Hg}} \quad (1)$$

Sendo:

$V_{Hg\ desl.}$	=	Volume de mercúrio deslocado
$M_{(F+Hg1)}$	=	Massa do frasco preenchido com mercúrio
M_F	=	Massa do frasco
$M_{(F+A+Hg2)}$	=	Massa do frasco com mercúrio e amostra (introduzida no frasco)
M_A	=	Massa da amostra
ρ_{Hg}	=	Densidade do mercúrio

Sabe-se que, o volume deslocado de mercúrio é igual ao volume da amostra. E a razão entre a massa da amostra e o volume calculado será a densidade volumétrica da amostra.

Os frascos volumétricos para picnometria são frascos especiais de vidro, calibrados e com tampa, utilizados na determinação da densidade de líquidos e sólidos (Fig.7).

Devido à alta tensão superficial do mercúrio à pressão atmosférica, o mesmo não penetra nos poros abertos da amostra. Desta forma, a picnometria de mercúrio nos permite obter a densidade volumétrica da amostra pelo princípio de Arquimedes, onde:

Um corpo total ou parcialmente imerso em um fluido sofre uma força igual em módulo ao peso do fluido deslocado e dirigida para cima segundo uma reta que passa pelo centro de gravidade do fluido deslocado.



Fig. 7 – Frasco volumétrico para picnometria
Fonte: *Wikipedia on line*⁵.

⁵ http://en.wikipedia.org/wiki/Relative_density (acessado em 25/09/2011).

A densidade (ρ) é a relação entre a massa (m) e o volume (V) de uma substância, sendo uma unidade de concentração (kg/m^3), conforme apresentado na Eq.2.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2)$$

A obtenção da densidade real do material por meio da picnometria com gás hélio é realizada com a amostra em estado de pó, considerando-se a inexistência de poros fechados na amostra em análise (CANUT, 2006).

De acordo com Moura e Figueiredo (2002), por se tratar de um gás inerte e de fácil penetração nos vazios entre os grãos da amostra (devido ao pequeno tamanho dos seus átomos), a picnometria com o gás Hélio (He) permite uma determinação do volume do sólido com maior precisão, atingindo poros de até 1\AA .

O ensaio consiste na utilização de duas câmaras com volumes conhecidos. A primeira câmara é destinada ao porta-amostra, e a segunda atua como câmara de expansão, estando elas ligadas por uma válvula de expansão, conforme mostrado na Fig.8.

De acordo com Aranha *et al.* (2010), o funcionamento do picnômetro a gás baseia-se nas mudanças de pressão que ocorrem nas câmaras de porta-amostra (V_m) e de expansão (V_z), quando é aberta a válvula que as conecta. Existe, pela lei dos gases ideais (Eq. 3), uma constância nas relações entre pressão (Pa), volume (m^3) e temperatura (K), quando este tipo de gás estiver confinado, sendo n o número do mol de gás (Mol) e R (constante universal dos gases) igual a $8,314 (\text{m}^3 \cdot \text{Pa} \cdot \text{mol}^{-1} \text{K}^{-1})$.

$$PV = nRT \quad (3)$$

Smith (1996) *apud* Moura e Figueiredo (2002, p. 209) descreve que:

“Antes de iniciar a análise propriamente dita, a amostra, colocada na respectiva câmara, é sujeita a um processo de degaseificação que consiste em repetidas purgas com hélio, para remoção de impurezas e umidade que eventualmente possa conter. Depois de levado todo o sistema à pressão atmosférica, isola-se a câmara de expansão, fechando a válvula de expansão e pressuriza-se a câmara que contém a

amostra até uma pressão P_1 (cerca de 17 psig⁶). Seguidamente, a válvula de expansão é aberta e, em consequência, ocorre um abaixamento de pressão para P_2 .”

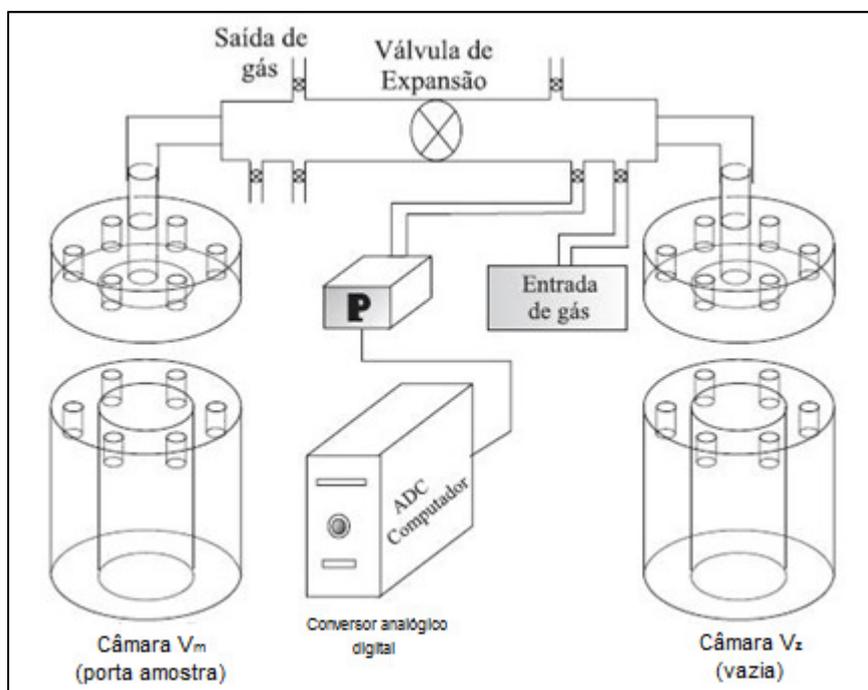


Fig. 8 – Representação esquemática do picnômetro a gás
Fonte: ARANHA *et al.*, 2010, p. 1385.

Admitindo-se um comportamento ideal do hélio, o volume do sólido pode ser calculado a partir da Eq. 4 e Eq. 5, onde V_a é o volume da câmara da amostra, V_e é o volume da câmara de expansão e V_s é o volume do sólido.

$$P_1(V_a - V_s) = P_2(V_a - V_s + V_e) \quad (4)$$

$$V_s = V_a - \frac{V_e}{\frac{P_1}{P_2} - 1} \quad (5)$$

Considerando que as trocas de calor entre o sistema e a vizinhança sejam desprezíveis e como não existem partes móveis que realizam trabalho sobre ou pelo sistema e considerando que

⁶ psig = lbf/pol²

não ocorreram variações de temperatura, aplica-se a lei dos gases ideais aos dois estados assumidos pelo sistema (ARANHA *et al.*, 2010).

Magalhães (2007) utilizou as técnicas de picnometria de He e Hg para determinar a densidade da fração sólida (ρ_s) e a densidade volumétrica (ρ_v) de concretos fabricados com cimentos contendo escória de alto-forno. Foram produzidos concretos com classes de resistência C30 e C40, com os fatores a/c de 0,5 e 0,4 e empregando-se os cimentos CP II-E-32 e o CP III-32. Para os ensaios, foram utilizadas argamassas extraídas da matriz dos concretos. Na picnometria de He, as amostras foram moídas e totalmente passadas na peneira de 75 μ m, e para a picnometria de Hg foram selecionados fragmentos com dimensão entre 0,5 e 1 cm. As Tabelas 4 e 5 mostram os resultados obtidos pelo autor para as densidades ρ_s e ρ_v e percentual de porosidade total, respectivamente.

Tabela 4 – Densidade das argamassas dos concretos obtidas por picnometrias de He e Hg

Idades	C30 CP II		C30 CP III		C40 CP II		C40 CP III	
	ρ_s (g/cm ³)	ρ_v (g/cm ³)						
3	2,57	1,97	2,58	1,89	2,57	1,97	2,63	1,90
7	2,57	1,88	2,58	1,97	2,53	1,97	2,6	1,96
14	2,54	1,98	2,55	1,97	2,52	1,98	2,59	1,94
28	2,54	1,99	2,52	2,12	2,43	2,08	2,49	2,04
56	2,52	2,09	2,45	2,11	2,43	2,10	2,48	2,02
91	2,41	2,03	2,44	2,16	2,43	2,06	2,44	2,23

Fonte: MAGALHÃES, 2007, p. 185.

Tabela 5 – Porosidade total presente nas argamassas dos concretos analisados

Traço	Fator a/c	Porosidade Total (%)					
		3 dias	7 dias	14 dias	28 dias	56 dias	91 dias
C30 CP II	0,5	23,57	26,9	22,14	21,57	17,02	15,84
C30 CP III		26,62	23,74	22,81	16,11	14,04	11,72
C40 CP II	0,4	23,39	21,94	21,25	15,10	13,48	14,13
C40 CP III		27,72	24,75	25,33	18,00	18,53	8,44

Fonte: MAGALHÃES, 2007, p. 189.

f) Microtomografia de raios X

A microtomografia computadorizada de raios X (μ -CT) é uma técnica não destrutiva que permite medir as estruturas tridimensionais de um objeto, sem necessitar de preparação da amostra e sem inviabilizar o uso posterior da mesma para outras análises.

O processo tomográfico consiste em girar-se o corpo de prova em passos de ângulos iguais até completar uma volta de 360°. A cada passo, são adquiridos vários quadros gerando-se, no final, uma imagem. Após a captura das imagens as mesmas são reconstruídas, para que possa ser possível sua visualização 3D (LIMA *et al.*, 2006). A Fig. 9 apresenta o modelo esquemático de funcionamento da técnica.

Os microtomógrafos computadorizados fazem a reconstrução completa da amostra na forma de uma imagem 3D a partir do empilhamento de sessões 2D da mesma (MOREIRA, 2006). Para a reconstrução tridimensional e obtenção de dados sobre a microestrutura são utilizados softwares específicos de processamento de imagem.

A técnica e seus princípios são descritos de forma mais detalhada na próxima seção.

Landis *et al.* (1997) mediram os danos internos em corpos de prova de argamassa, simultaneamente a aplicação de carregamento, utilizando a técnica de microtomografia de raios X. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos de (4x8) cm curados por submersão em água durante 7 dias e secos ao ar por um longo período antes de serem feitos os testes. O carregamento foi realizado por um pequeno quadro construído especialmente para o estudo. Foram feitos 4 escaneamentos, sendo estes a 35% e a 75% da carga de pico, no momento de ultrapassagem do pico e 65% do pós pico.

Naik *et al.* (2004) investigaram as manifestações físicas do ataque de sulfato em materiais a base de cimento Portland com a utilização de um microtomógrafo de raios X. O exame microestrutural foi realizado em corpos de prova cilíndricos (1,25 x 4,0) cm mantidas em diferentes condições de teste, sendo: concentração de íons de sulfato (33.800, 10.000 e 1.000 ppm), tipo de cátion (Na_2SO_4 e MgSO_4), composição de cimento Portland (Tipo 1 e Tipo V, pela classificação da *American Society for Testing and Materials* - ASTM), relação água/cimento (0,485 e 0,435) e presença ou ausência de agregado, em função do tempo de exposição.

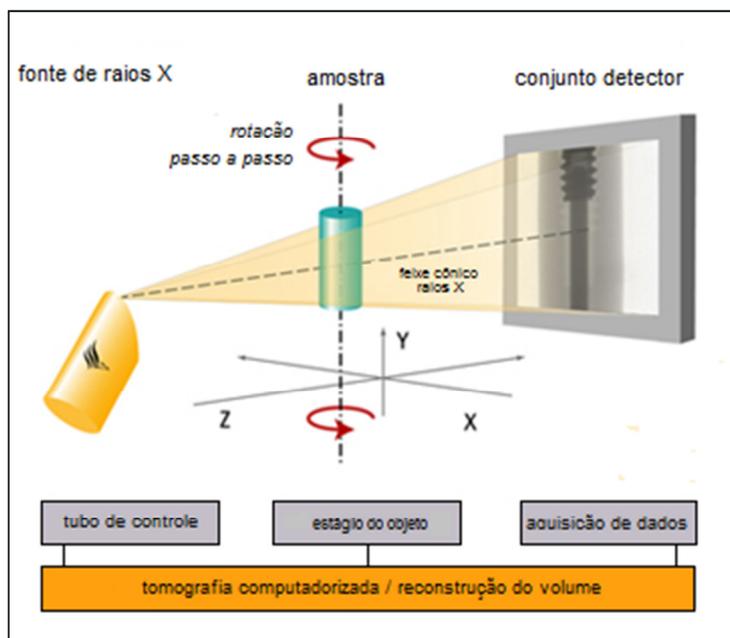


Fig. 9 – Modelo esquemático de funcionamento da μ -CT
 Fonte: Adaptado do *site* GE⁷.

Lu *et al.* (2006) buscaram correlacionar características microestruturais mensuráveis de 4 tipos de concreto (concreto referência e concretos feitos com 3 tipos diferentes de adições pozolânicas), obtidas pela microtomografia de raios X, com medidas alternadas de permeabilidade pelo *ponding test* e pelo *rapid chloride permeability test*. Os escaneamentos por raios X foram feitos em resoluções espaciais de 1 e 4 μm , utilizando pequenos fragmentos com dimensão de 0,75 mm e 0,3 mm, respectivamente, cortados do interior dos corpos de prova. Os resultados mostram que as adições pozolânicas produziram um aumento da distância entre os poros, reduzindo a permeabilidade do cloreto nestes materiais.

Carvalho *et al.* (2010) determinaram a porosidade de um concreto de 25 MPa de resistência à compressão, preparado com cimento CP II, utilizando a microtomografia de raios X, cujos resultados foram comparados com os obtidos pela técnica de scanner comercial. Para análise foram utilizados 4 CPs de (25 x 50) mm, sendo analisadas aproximadamente 900 imagens para cada corpo de prova. Observou-se que a média entre as porosidades encontradas para as diversas imagens numa mesma amostra é a melhor representação para o valor procurado. Observou-se uma relação entre os valores encontrados pelos dois métodos, para uma mesma

⁷ http://www.phoenix-xray.com/en/company/technology/principles_of_operation/principle_060.html (acessado em 29/01/2013).

amostra. A Tabela 6 mostra os resultados de porosidade de superfície, encontrados pelo autor, pela técnica de μ -CT.

Tabela 6 – Resultados encontrados por corpo de prova pela μ -CT

Corpo de prova	Nº imagens	Porosidade de superfície média (%)	Desvio Padrão
01	962	2,086	0,467
02	861	4,215	1,086
03	962	5,514	0,772
04	669	5,709	0,475

Fonte: CARVALHO *et al.*, 2010, p.698.

Bourguignon (2011) utilizou a técnica de μ -CT para estudar concretos reforçados com fibras de polipropileno e de aço. Foi selecionado um corpo de prova de (10x20) cm, para cada concreto, sendo este dividido em 9 fatias de 2 cm. Cada fatia, por sua vez, foi mapeada, numerada e cortada em 52 amostras de 1 cm² de base e 2 cm de altura, devido a limitação dimensional do microtomógrafo. Foi definida uma área de interesse para análise e retiradas 10 amostras de cada fatia, para serem analisadas pelo equipamento Skyscan 1174, com fonte de tensão de 50 kV e 0,800 mA. Com a técnica, foi possível visualizar e quantificar apenas as amostras que continham fibras de aço, pois o polipropileno possui um baixo coeficiente de atenuação e aparece nas imagens na forma de vazios.

Pessôa (2011) realizou um estudo sobre o uso de técnicas não destrutivas para a determinação da porosidade em corpos de prova de concreto. Foram aplicados métodos de obtenção e processamento de imagens por meio do uso de scanner comercial e microtomografia de raios X. Os resultados de porosidade gerados por estas duas técnicas foram confrontados com os obtidos pelo método proposto na NBR 9778 (ABNT, 2005) - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica, havendo uma compatibilidade entre todos eles. Para a obtenção de imagens por microtomografia, foi utilizado o sistema Skyscan 1172 com 256 tons de cinza, ajustadas em contraste, binarizadas e filtradas.

Lanzón *et al.* (2012) utilizaram a técnica de μ -CT para avaliar a influência de adições de baixa densidade (perlita expandida, vidro expandido e cenosfera) na porosidade e

microestrutura de argamassas. Foram moldados prismas de (4 x 4 x 8) cm, sendo estes curados por um período de 48 horas a 20 °C e 90% de umidade relativa, e depois mantidos em uma caixa climática a 20 °C e umidade relativa de 65% até completarem 28 dias. Após o período de cura, foram extraídos testemunhos de 8 mm de diâmetro para as leituras com o microtomógrafo, sendo utilizados filtro de alumínio com 3 mm de espessura, tensão de 120 kV e potência de 10 W. Verificou-se que as adições não usuais de vidro expandido e cenosferas apresentam uma menor porosidade aberta, comparadas à perlita expandida, conforme apresentado na Tabela 7.

Tabela 7 – Porosidade das argamassas com diferentes tipos de adições de baixa densidade

Amostra	Porosidade aberta (%)	Porosidade total (%)
Argamassa padrão (sem adição)	7,03	8,21
Argamassa contendo perlita expandida	8,54	12,11
Argamassa contendo vidro expandido	8,38	10,23
Argamassa contendo cenosferas	8,72	9,47

Fonte: Lanzón *et al.* (2012).

2.4 – Microtomografia de raios X

A seguir são descritos os principais fundamentos da técnica, cuja compreensão se faz necessária para a análise e interpretação dos resultados obtidos nos experimentos.

2.4.1 – Raios X e interação com a matéria

Os raios X são ondas eletromagnéticas de alta frequência, pequeno comprimento e alto poder de penetração, as quais podem interagir com a matéria por, principalmente, três formas, sendo estas: o efeito fotoelétrico, efeito Compton e produção de pares (PESSÔA, 2011 e NETO *et al.*, 2011).

Silva (2011) e Rocha (2005) descrevem estes efeitos:

- No efeito fotoelétrico, o fóton é absorvido pelo meio onde toda, ou quase toda, sua energia é depositada. Toda a energia do fóton incidente é transformada em energia cinética do fotoelétron, adicionada à energia de ionização. A energia do fotoelétron (E_k) é dada pela Eq.6, onde $h\nu$ é a energia do fóton incidente e E_b é a energia de ionização do elétron.

$$E_k = h\nu - E_b \quad (6)$$

- O efeito Compton (Fig.10) é dado ao espalhamento de fótons por elétrons livres ou fracamente ligados. Uma parte da energia do fóton é perdida para o elétron e outra sofre um espalhamento em um ângulo θ .

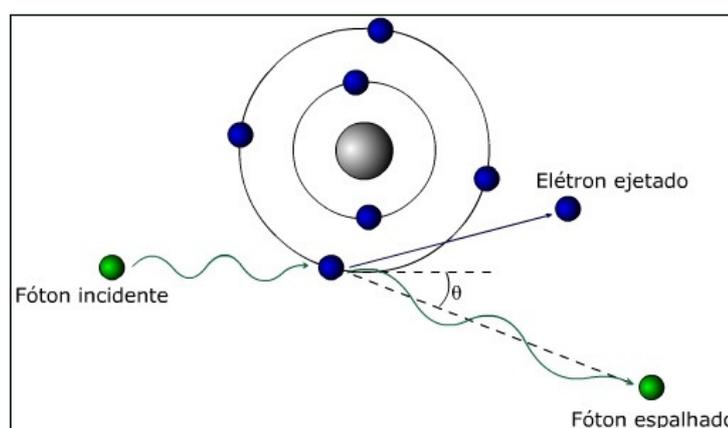


Fig. 10 – Esquema de interação da radiação para o efeito Compton
Fonte: Site Efeito Fotoelétrico e Compton⁸

⁸ <http://efeitofotoeletricoecompton.webnode.com.br/efeito-compton/> (acessado em 21/09/2013).

A mudança no comprimento de onda do fóton ($\Delta\lambda$) é dada pela Eq.7, onde λ_c é o comprimento de onda Compton e θ , o ângulo de espalhamento de fóton. Sendo que, o comprimento de onda Compton pode ser calculado pela Eq.8, onde h é a constante de Planck, c é a velocidade da luz e m_e , a massa da partícula.

$$\Delta\lambda = \lambda_c \times (1 - \cos \theta) \quad (7)$$

$$\lambda_c = \frac{h}{m_e c} = 0,24\text{\AA} \quad (8)$$

- A produção de pares ocorre quando um fóton, com energia mínima de 1,02 MeV, interage com o núcleo formando um par elétron-positron. A energia cinética (E_c) gerada é dada pela Eq.9, onde m a massa do elétron em repouso, c a velocidade da luz e $k_+ + k_-$ é a energia cinética dos 2 elétrons.

$$E_c = 2mc^2 + (k_+ + k_-) \quad (9)$$

Devido a esta interação do raio X com a matéria, o número de fótons emergentes é menor que os incidentes. Esta atenuação de intensidade ($I_{(x)}$) é dada pela Eq.10, onde I_0 é a intensidade do feixe incidente, μ é o coeficiente de atenuação linear, L é o trajeto da radiação através do corpo de prova (espessura da amostra) e dl é o incremento da distância ao longo de L . Esta equação se aplica aos feixes polienergéticos, já no caso dos feixes monoenergéticos, aplica-se a Eq.11. A atenuação está vinculada à redução de intensidade de um feixe, conforme ele atravessa a matéria e é diretamente proporcional ao coeficiente de atenuação linear (NETO *et al.*, 2011 e LIMA, 2006). Este, por sua vez, depende do número atômico do material, da densidade do material e da energia da radiação incidente, sendo calculado pela Eq.12, onde μ_m é o coeficiente de atenuação em massa (m^2/kg) e ρ é a densidade do material (kg/m^3).

$$I_{(x)} = I_0 \exp \left[- \int_L \mu(x, y) dl \right] \quad (10)$$

$$I_{(x)} = I_0 e^{-\mu x} \quad (11)$$

$$\mu = \mu_m \times \rho \quad (12)$$

A radiação X é produzida artificialmente por meio da aceleração de elétrons contra um material metálico de alto número atômico, sendo que a menor quantidade de qualquer tipo de radiação eletromagnética é designada fóton. O feixe de raios X corresponde ao conjunto de fótons que foram gerados com o bombardeamento de elétrons de alta energia cinética (NETO *et al.*, 2011).

2.4.2 – Estrutura e funcionamento do microtomógrafo de raios X

De acordo com Moreira (2006), os componentes básicos de um sistema tomográfico são: tubo de raios X, sistema de movimentação de amostra, intensificador de imagens, detector (câmera CCD - *charge-coupled devices*) e sistema computacional de reconstrução de imagens. A Fig.11 mostra um modelo esquemático de um sistema tomográfico.

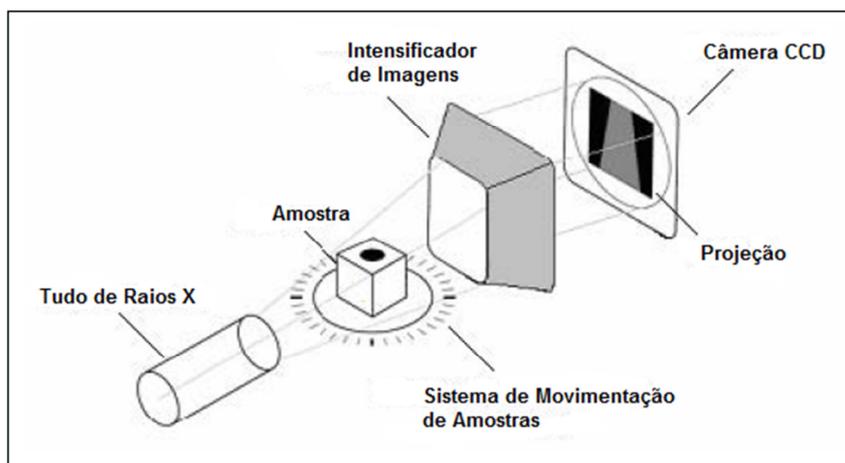


Fig. 11 – Modelo esquemático sistema tomográfico
Fonte: MOREIRA, 2006, p. 52.

O tubo de raios X é constituído de um tubo de vidro revestido por chumbo, a vácuo, com dois eletrodos: o cátodo (pólo positivo) e o ânodo (pólo negativo). Os elétrons se desprendem do cátodo quando há a passagem de corrente elétrica de alta voltagem pelo filamento que o constitui. A diferença de potencial, criada pela alta voltagem, entre o cátodo e ânodo promove uma aceleração dos elétrons em direção ao ânodo. Quanto maior a voltagem, maior a energia cinética dos elétrons. É comum o emprego de filamentos de tungstênio devido ao seu grande número atômico ($Z=74$) e alto ponto de fusão (aproximadamente $3422\text{ }^{\circ}\text{C}$). A Fig.12 mostra o modelo esquemático do tubo de raios X.

O feixe de raios X é liberado através de uma janela, presente no tubo de vidro, podendo ser colimado ou filtrado (MOREIRA, 2006). Os colimadores são dispositivos que limitam o tamanho do campo de incidência dos raios X por meio da absorção de parte da radiação, direcionando e suavizando o feixe⁹. Já o filtro de raios X é usado para absorver faixas de baixa energia do espectro original, criando um feixe quase monoenergético (MOREIRA, 2006).

O sistema de movimentação de amostra permite que esta seja rotacionada em passos de ângulos, pré-definidos pelo usuário, até que seja completada uma varredura de 360° com o feixe de raios X.

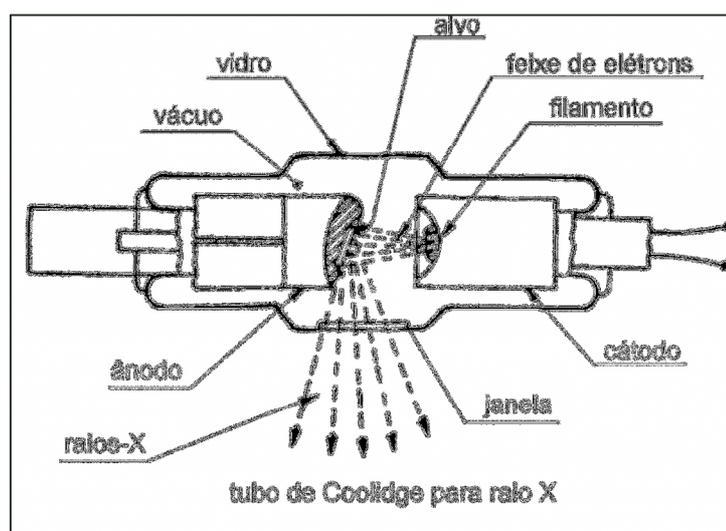


Fig. 12 – Modelo esquemático do tubo de raios X
Fonte: OdontoUP¹⁰.

⁹ <https://www.portaleducacao.com.br/medicina/artigos/35814/componentes-da-radiografia-convencional-colimadores-e-grades> (acessado em 30/04/2013).

¹⁰ <http://odontoup.com.br/2012/02/> (acessado em 30/04/2013).

O módulo de detecção de radiação em sistemas tomográficos é formado por um intensificador de imagem acoplado a uma câmera CCD. O intensificador converte a radiação X incidente em um feixe de fotos de luz com comprimento de onda adequado para a detecção pela câmera CCD (MOREIRA, 2006).

O CCD é composto de uma grade de *pixels* com um acumulador de cargas elétricas, chamado de registrador, ao lado de cada um deles. O circuito eletrônico que realiza a leitura CCD transfere as cargas elétricas entre os registradores, de modo que a câmara “lê” a carga elétrica ponto a ponto, coluna a coluna, até que o padrão de carga seja completo, ou seja, a leitura é feita *pixel a pixel*. Tendo em vista que cada *pixel* representa um pedaço de imagem, quanto menor o *pixel* melhor será a definição da imagem (PESSÔA, 2011).

2.4.3 – Fundamentos da microtomografia computadorizada de raios X

O objetivo dos ensaios não destrutivos por meio de fontes de raios X para análise de um objeto é obter as diferenças de atenuação desses raios. Essas diferenças estão diretamente relacionadas à homogeneidade do objeto (PESSÔA, 2011).

Para obtenção das leituras, frequentemente são usados feixes polienergéticos, ou seja, que possuem fótons de diferentes energias e em quantidades variadas, cuja atenuação (I) pode ser calculada pela Eq.13. De acordo com Lima (2006), neste caso, ocorrerá um deslocamento espectral devido à absorção preferencial dos fótons de baixa energia que penetram no corpo de prova, sendo este efeito conhecido como “endurecimento do feixe”. Daí a necessidade de se utilizar um filtro para radiação de metal na janela de saída dos raios X, o qual irá amenizar o efeito mencionado. Assim, para fins de simplificação, o efeito pode ser desprezado, e em situações reais pode-se utilizar a Eq.14, sendo o termo $\ln(I_0/I)$ denominado raio soma, que representa o somatório dos coeficientes de atenuação ao longo do feixe.

$$I = \int_0^{E_{MAX}} I_0 \exp \left[- \int_L \mu(x, y, E) dl \right] dE \quad (13)$$

$$\ln \left(\frac{I_0}{I} \right) = \int_L \mu(x, y) dl \quad (14)$$

Cada projeção é realizada com a exposição de uma seção da amostra ao feixe de radiação durante um tempo pré-estabelecido. Este processo é repetido passo a passo até uma rotação completa da amostra, de 0° a 360° ou de 0° a 180° (MOREIRA, 2006). Múltiplos raios projetados sobre o corpo de prova, em vários ângulos em um mesmo plano, fornecem uma imagem 3D do objeto pelo empilhamento das seções 2D. Estas seções são obtidas por meio de um algoritmo de reconstrução que é aplicado às projeções tomadas da amostra (MACHADO, 2012 e MOREIRA, 2006). Quanto maior for o número de projeções, maior será a resolução de apresentação no volume reconstituído.

O algoritmo de reconstrução é baseado na geometria do feixe de raios X. Enquanto os primeiros tomógrafos comerciais utilizavam a geometria de feixes paralelos (Fig 13.1), onde eram necessários dois movimentos da fonte, o de rotação e translação, os equipamentos atuais utilizam um feixe cônico (Fig.13.2), o que permite a reconstrução de imagens volumétricas, ou seja, a reconstrução de vários cortes com uma só varredura. Desta forma, na reconstrução das imagens, é utilizado um algoritmo analítico aproximado de reconstrução para feixe cônico, a exemplo do algoritmo FDK (FeldKamp) (COSTA e ARAÚJO, 2010).

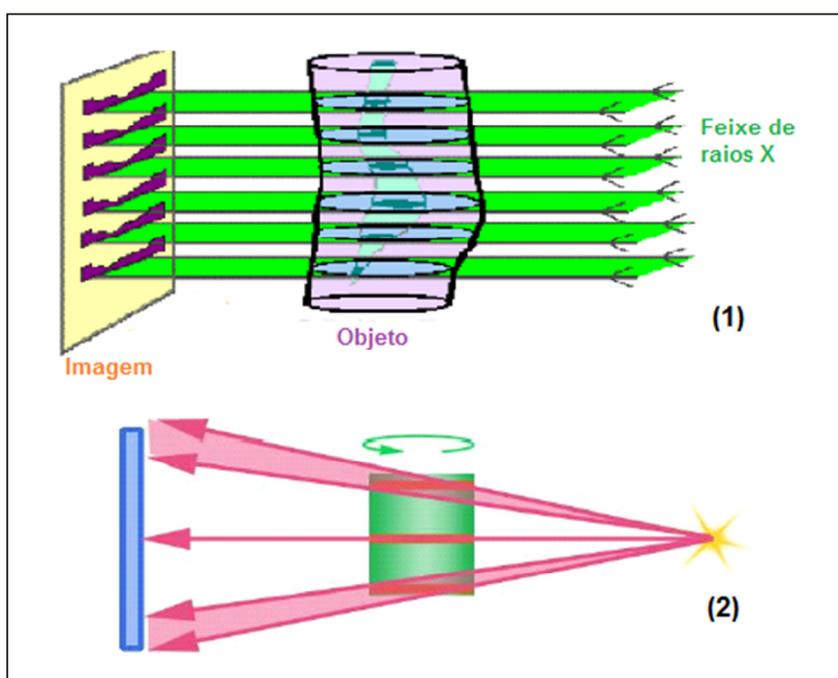


Fig. 13 – Feixes de raios X
(1) Feixe paralelo de raios X
(2) Feixe cônico de raios X
Fonte: Manual SkyScan, 2005, p. 4.

Como pode ser observado na Fig.13.2, os raios que atravessam a parte frontal e posterior do objeto não serão projetados na mesma linha do detector. Desta forma, as seções reconstruídas apresentariam algumas distorções longe do feixe óptico. Contudo, o algoritmo de feixe cônico promove uma reordenação das informações de sombra, reconstruindo as seções a partir de informações provenientes do eixo óptico.

Quanto menor for o diâmetro do foco, melhor será a focalização da estrutura investigada, ou seja, sua resolução espacial. Desta forma, não é aconselhável a utilização de amostras muito grandes (ROCHA, 2005).

A resolução espacial de uma imagem expressa qual é a dimensão mínima, de uma determinada região, que pode ser investigada com clareza pelo software analisador. Poros ou estrutura de matriz com diâmetros menores que esta resolução não serão identificados pelo sistema (MOREIRA, 2006).

Após sua reconstrução, utilizando o algoritmo matemático, a imagem é mostrada em forma de uma matriz digital $N \times M$ *pixels*¹¹, sendo que N representa o número de *pixels* existentes na vertical e M os da horizontal, formando um *voxel* (Fig.14). O *pixel* é a apresentação básica de um elemento bidimensional em uma imagem digital. Já o *voxel* é a representação 3D, com a terceira dimensão representando a espessura da fatia. Para cada valor de pixel designa-se um valor de cinza que é proporcional a $\mu(x,y)$, ponto a ponto, sendo que a região mais densa aparece mais escura e, conseqüentemente, a região menos densa aparece mais clara. O número de pontos da imagem por matriz é importante para resolução local das imagens (LIMA, 2006).

¹¹ *Pixel: the picture element.*

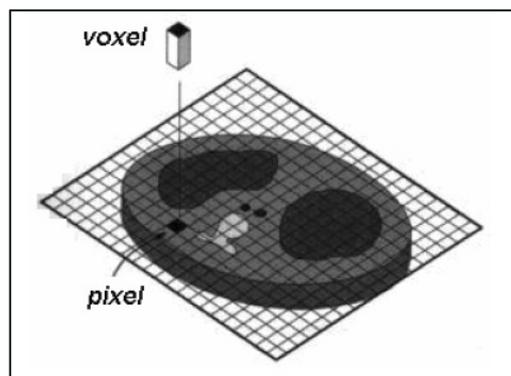


Fig. 14 – Representação de *pixel* e *voxel*
 Fonte: LIMA, 2006, p. 38.

Para a caracterização microestrutural da amostra a partir das seções 2D microtomográficas, um pré-processamento das imagens deve ser realizado. No processo de binarização, a imagem, inicialmente em tons de cinza, passa a ter um caráter binário, sendo constituída apenas por pixels brancos e pretos. Para concretizar o processo de binarização um *threshold* (limiar) em um histograma de tons de cinza deve ser escolhido. Este limite define até que tom de cinza um *pixel* deverá ser considerado branco ou preto na imagem binarizada (MOREIRA, 2006). As medições de parâmetros morfométricos são realizadas em imagens binarizadas (segmentadas).

De acordo com Carvalho *et al.*, (2010), o estágio da segmentação divide uma imagem de entrada em partes ou objetos constituintes. No caso de reconhecimento de imagens, o papel básico da segmentação é extrair objetos ou regiões (ex. vazios, grãos ou agregados de grãos da imagem).

A ideia principal da morfologia matemática consiste em conjuntos de *picture elements* (*pixels*), que são reunidos em grupos, representando uma estrutura bidimensional (forma), e sobre os quais são realizadas operações matemáticas que ressaltam aspectos específicos das formas para que estas possam ser reconhecidas e medidas (CARVALHO *et al.*, 2010). Na obtenção dos parâmetros morfométricos, são utilizados softwares específicos de análise de imagem, os quais também fazem a reconstrução do modelo 3D a partir do empilhamento das seções 2D . A Fig.15 mostra um esquema ilustrativo desde a aquisição das imagens, até a obtenção do modelo 3D.

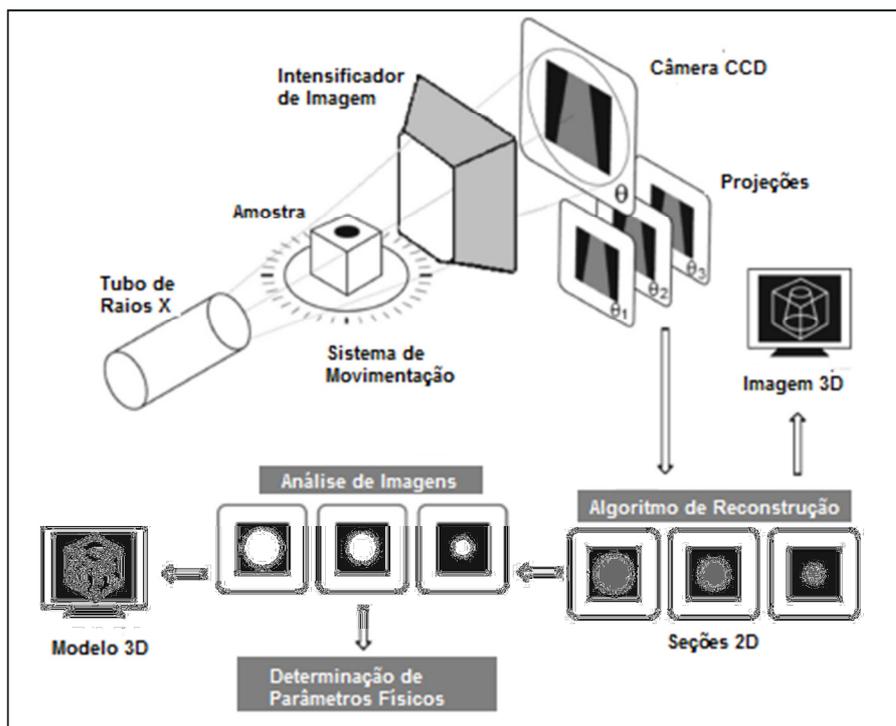


Fig. 15 – Esquema ilustrativo da aquisição, reconstrução e geração das imagens e modelos tridimensionais

Fonte: FERNANDES *et al.*, 2009, p. 37.

2.5 – Amostragem

Para obter uma estimativa aceitável das propriedades gerais do material, as amostras a serem analisadas precisam ser representativas, incluindo suas variações espaciais normais (CNUUDE *et al.*, 2011). Teoricamente, uma amostra é representativa apenas quando os resultados da sua análise são precisos e reproduzíveis. A correta amostragem irá fornecer todos os elementos constitutivos a serem avaliados (GY, 1994 *apud* CNUUDE, 2011).

Segundo RIGO (1998) *apud* Magalhães (2007), os esforços feitos para entender a microestrutura dos compósitos de cimento Portland esbarram em problemas importantes como, por exemplo, escolher amostras representativas do material. Isto porque, além destes materiais serem altamente heterogêneos e possuírem uma complexa estrutura de vazios, os ensaios destinados a investigar sua microestrutura geralmente se valem de pequenas quantidades de amostra (na ordem de gramas), dificultando o alcance desta representatividade.

De um modo geral, as metodologias utilizadas no estudo destes compósitos envolvem a moldagem de corpos de prova de onde serão extraídas as amostras destinadas aos ensaios. Para a realização desta extração, são usados, principalmente, os seguintes processos:

- Fragmentação – o corpo de prova é fragmentado pela aplicação de golpes, com auxílio de uma marreta, por exemplo, ou por carregamento, como é o caso de corpos de provas submetidos previamente ao ensaio de compressão axial. Magalhães (2007) utilizou corpos de prova de concreto, rompidos no ensaio de compressão axial, para coletar os pedaços de argamassa a serem utilizados em suas análises microestruturais. O material coletado foi previamente quarteado no intuito de se obter frações com características homogêneas;
- Seccionamento – o corpo de prova é fatiado, com o auxílio de serras especiais, a exemplo das metodologias utilizadas por Bourguignon (2011), Lu *et al.* (2006), descritas na seção 2.3, item *e*.
- Extração de testemunho – o corpo de prova é perfurado, obtendo-se um cilindro retirado de seu interior. Pessoa (2011), após fatiar metade de um corpo de prova em 3 partes de aproximadamente 3 cm cada, selecionou a fatia do terço médio e executou a extração de testemunho com 1 polegada de diâmetro, utilizada na μ -CT de raios X. Lanzón (2012) também utilizou a extração de testemunho, conforme procedimento descrito na seção 2.3, item *e*.

Uma questão importante quando se trabalha com μ -CT é a relação entre o tamanho da amostra e resolução espacial. Um tamanho pequeno de amostra é crucial para uma alta resolução espacial. No entanto, trabalhar com amostras pequenas esbarra na questão da representatividade, uma vez que o volume da amostra deve conter as propriedades de todo o conjunto, a fim de se obter uma estimativa aceitável das propriedades gerais do material (GY, 1994 *apud* CNUDDDE, 2011).

Assim, torna-se conveniente a confecção de corpos de prova com dimensões reduzidas, o que proporcionará o aumento da relação amostra/CP, ou até mesmo permitirá uma amostragem total, conforme metodologia utilizada por Landis *et al.* (1997) e Naik *et al.* (2004) em leituras com o microtomógrafo de raios X. Contudo, esta redução de dimensão inviabiliza o estudo

com concretos, uma vez que a presença de agregados graúdos não permite a confecção de corpos de prova nas dimensões apresentadas.

2.6 – Efeito das características dimensionais dos corpos de prova no ensaio de caracterização mecânica à compressão de materiais com matriz cimentícia

Uma importante característica do comportamento de fratura em materiais quase frágeis, como concretos, rochas e cerâmicas, é o efeito de tamanho. A resistência de corpos de prova ou estruturas feitas destes materiais depende do seu tamanho (ROCCO *et al.*, 1999).

A falha por compressão não é controlada por um critério de resistência do material, como já foi assumido em muitas aplicações práticas (BAŽANT e XIANG, 1997). A noção comum de que a resistência à compressão é uma propriedade original do material é errônea, uma vez que a resistência à compressão varia com base no tamanho dos corpos de prova e forma, devido às suas características de fratura (YI *et al.*, 2006). Contudo, a falha por compressão, e especialmente seu efeito por tamanho, é complexa e pouco compreendida. (BAŽANT e XIANG, 1997).

Até a década de 80 acreditava-se que o efeito do tamanho de um corpo de prova tinha origem estatística, descrita pela teoria de Weibull, onde o efeito do tamanho na resistência nominal resulta do fato de que quanto maior for a estrutura, maior será a probabilidade de se encontrar em seu volume um elemento material com baixa resistência (BAŽANT, 2000). Contudo este conceito foi contestado e atualmente é aceito que o efeito tamanho e escala na resistência estrutural tem caráter determinístico, sendo causado principalmente por redistribuição de tensões e liberação de energia, associados a uma propagação estável de grandes fraturas, ou à formação de grandes zonas com fissuras distribuídas.

O efeito tamanho é entendido como a dependência da força nominal de uma estrutura por seu tamanho (dimensão), quando comparada a outra estrutura geometricamente semelhante (VISO e RUIZ, 2008).

O formato, o tamanho e os tipos de molde usados para os ensaios de materiais cimentícios variam de país para país. Geralmente essas características são apontadas pelas normas específicas de cada um. Corpos de prova cilíndricos, geralmente com relação altura/diâmetro

igual a dois, são usados no Brasil, Estados Unidos, Canadá, França, Austrália e África do Sul. Os cúbicos, geralmente com 150 mm de aresta, são usados em vários países europeus como a Inglaterra e Alemanha. Já na Noruega ocorre o emprego dos dois tipos de corpos de prova citados acima (MARTINS, 2008). Esta relação dimensional entre altura/ diâmetro (h/d) também exerce influência nas propriedades mecânicas do corpo de prova, bem como a sua forma.

A Fig.16 mostra a relação f_c/f_{c2} em função da relação altura/diâmetro (h/ d) de corpos de prova, sendo que f_c é a resistência à compressão para diferentes relações h/d, e f_{c2} representa a resistência obtida em um corpo de prova com relação h/d igual a 2. Observa-se que, a redução da relação h/d promove um aumento da resistência à compressão. Esse aumento de resistência decorre do impedimento à deformação transversal, causado pelas placas de aço da máquina de ensaio. Já o aumento desta relação causa um efeito contrário, porém em pequena escala (ARAÚJO, 2001). A NBR 5739 (ABNT, 2007) apresenta uma tabela (Tabela 8) com fatores de correção para relações h/d menores que 2.

Em relação à forma do corpo de prova, a CEB/90¹² apresenta os valores que permitem correlacionar a resistência característica obtida em corpos de prova cilíndricos, $f_{ck, cil}$, com a resistência característica obtida em corpos de prova cúbicos de 15 cm de lado, $f_{ck, cub}$, conforme apresentado na Tabela 9 (ARAÚJO, 2001).

Viso e Ruiz (2008) investigaram a influência do tamanho e forma de corpos de prova na resistência à compressão em concretos de alta resistência (aproximadamente 100 MPa). Para tanto foram utilizados corpos de prova cilíndricos com diâmetro e altura de (75 x 150) mm e (100 x 200) mm, e cubos com arestas de 33, 50, 67 e 100 mm. Foi verificado que a resistência à compressão aumenta com a diminuição da dimensão dos CPS, para o caso dos cubos, enquanto que nos cilindros o efeito do tamanho foi irrelevante.

¹² Comité Euro-International du Béton. CEB-FIP Model Code 1990. Lausanne, 1993.

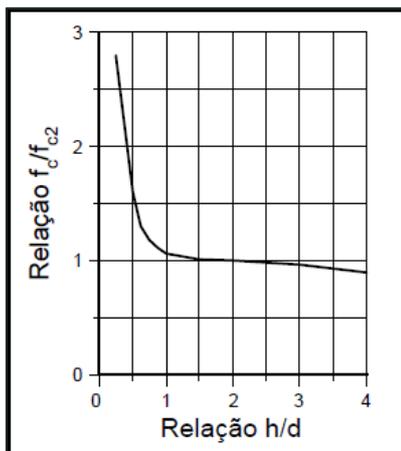


Fig. 16 – Variação da resistência à compressão com as dimensões do corpo de prova

Fonte: ARAÚJO, 2001, p. 5.

Tabela 8 – Fator de correção h/d resistência característica (MPa) – CEB/90

Relação h/d	2,00	1,75	1,50	1,25	1,00
Fator de correção	1,00	0,98	0,96	0,93	0,87

Nota: Os índices correspondentes à relação h/d não indicada podem ser obtidos por interpolação linear, com aproximação de centésimos.

Fonte: NBR 5739 (ABNT, 2007, p. 5).

Tabela 9 – Valores da resistência característica (MPa) – CEB/90

Classe	C12	C20	C30	C40	C50	C60	C70	C80
$f_{ck, cil}$	12	20	30	40	50	60	70	80
$f_{ck, cub}$	15	25	37	50	60	70	80	90

Fonte: ARAÚJO, 2001, p. 5.

O efeito tamanho e efeito escala foram estudados por Coura *et al.*, (2008), pela comparação comportamental de concretos com a mesma classe de resistência à compressão usando corpos-de-prova cilíndricos de diferentes dimensões, porém, geometricamente similares, com diâmetro x altura de 100 mm x 200 mm, 150 mm x 300 mm e 200 mm x 400 mm, bem como

diferentes graduações de agregado graúdo, com dimensão máxima característica de 9,5 mm, 25,0 mm e 32 mm. Foram moldados quatro corpos-de-prova para cada dimensão de CP e cada um deles foi avaliado para as três graduações de agregado graúdo, perfazendo um total de 36 corpos-de-prova, sendo todos ensaiados aos 28 dias de idade. Os resultados dos testes experimentais para resistência à compressão axial do concreto confirmam que o efeito escala e o efeito tamanho estão presentes neste estudo, isto é, há um decréscimo da resistência à compressão axial com o incremento da dimensão do corpo-de-prova e do agregado graúdo.

No estudo realizado por Coura *et al.*, (2008) , o efeito escala foi denominado como a influência das dimensões da estrutura sobre as propriedades dos materiais, sendo insignificante em grandes estruturas, mas com grande influência nas pequenas. Já o efeito tamanho analisa a influência crescente do peso próprio sobre a capacidade relativa das estruturas para resistirem a cargas adicionais diretamente aplicadas. Na literatura técnica observa-se que existem duas teorias sobre o efeito escala: uma proposta por Bažant cuja validade é limitada e outra por Carpinteri, a qual se baseia na heterogeneidade do concreto e considera que para pequenas estruturas de concreto o tamanho do agregado é significativo, logo a heterogeneidade do material é grande e o efeito escala será acentuado. Entretanto, para grandes estruturas, em relação ao tamanho do agregado, o material torna-se homogêneo e o efeito escala desaparece. (COURA *et al.*, 2008).

De acordo com Martins (2008), com a liberdade das normas em permitir o uso de corpos de prova de diferentes tamanhos, ocasionalmente surgem argumentos favoráveis à adoção de corpos de prova menores. Dentre as vantagens, alguns autores citam:

- facilidade de manuseio e transporte;
- menor susceptibilidade de danos;
- menores custos com os moldes, concreto e material de capeamento;
- menor espaço para armazenamento;
- menor capacidade das prensas.

Contudo, YI *et al.* (2006) relatam que o tamanho do corpo de prova pode influenciar nos valores de resistência e na variabilidade dos ensaios. Tal afirmação pode ser confirmada no estudo realizado por Landis *et al.* (1997), onde o autor relata que os resultados de resistência à

compressão, obtidos para os corpos de prova cilíndricos de argamassa com dimensão de (4x8) mm, apresentaram grande variação devido ao pequeno tamanho das amostras.

No estudo de Day e Haque (1993) *apud* Martins (2008), foi demonstrado que o coeficiente de variação da resistência aumenta com a diminuição do tamanho de corpos de prova geometricamente semelhantes. Para resistências entre 15 MPa e 50 MPa, o coeficiente de variação passaria de 3,0% para 6,0% alterando os cilindros de 150 x 300 mm para 75 x 150 mm, conforme demonstrado na Fig.17.

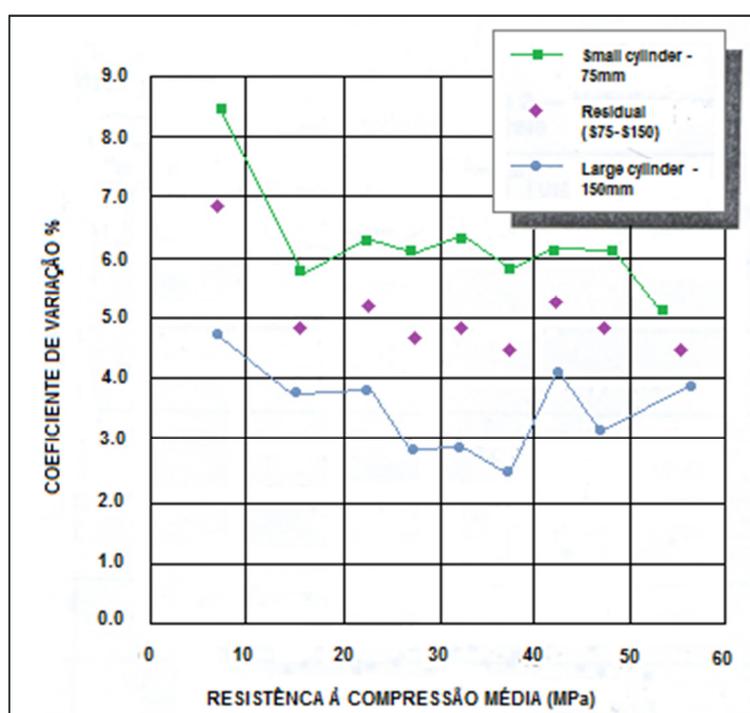


Fig. 17 – Coeficiente de variação da resistência em função das resistências à compressão médias

Fonte: DAY e HAQUE (1993) *apud* MARTINS, 2008, p. 48.

3

MATERIAIS E MÉTODOS

Embora os estudos de durabilidade de materiais cimentícios, em sua maioria, tenham como foco a análise de concretos, neste trabalho optou-se por trabalhar com argamassas para se evitar a influência do agregado graúdo e possibilitar a redução das dimensões dos corpos de prova, no intuito de viabilizar a realização da μ -CT em uma estrutura inteira e intacta.

Além disto, os dados obtidos, a partir da análise microestrutural das argamassas, poderão servir de referência para futuras avaliações dos efeitos ocasionados por variações nos parâmetros de produção dos compósitos de matriz cimentícia, como inclusão de aditivos, adições, variação de fator a/c e cura, inclusão do agregado graúdo, entre outros.

Devido a limitação dimensional do porta-amostras do microtomógrafo (diâmetro de 5 cm) e o grau de opacidade do material estudado aos raios X, para a moldagem dos CP's foram fabricados moldes cilíndricos especiais (menores que os moldes normalizados), com dimensões que atendessem as demandas dimensionais do ensaio e a condição especificada na NBR 5738 (ABNT, 2003), onde está definido que a relação entre altura/diâmetro do CP deve ser igual a 2. Estes moldes de (2x4) cm permitem que as análises sejam feitas em estruturas intactas, evitando que eventuais microfissuras, causadas pela extração de testemunhos, influenciem nos resultados.

As argamassas foram produzidas conforme procedimento estabelecido na NBR 7215 (ABNT, 1996).

3.1 – Especificação dos materiais

Para a produção das argamassas foram utilizados cimento, areia normalizada e água, conforme as especificações apresentadas a seguir.

3.1.1 – Cimento

Foi utilizado o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V) cujos parâmetros físicos, mecânicos e químicos estão descritos nas Tabelas 10, 11 e 12.

Tabela 10 – Teores dos componentes do cimento Portland de alta resistência inicial

Sigla	Componentes (% em massa)	
	Clínquer + sulfatos de cálcio	Material carbonático
CPV-ARI	100-95	0-5

Fonte: NBR 5733 (ABNT, 1991, p. 2).

Muitos estudos sobre a durabilidade de compósitos cimentícios tendem a avaliar os benefícios das adições utilizadas na fabricação do cimento Portland ou em sua substituição parcial durante a preparação da mistura. Em uma proposta contrária, neste estudo optou-se pelo uso de um cimento com o menor percentual de adições possível, para que haja uma minimização dos efeitos destas adições na microestrutura do material, e por consequência seja possível obter análises que servirão de modelo comparativo para estudos futuros. Assim, dentre os disponíveis no mercado, o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V - ARI) se mostra o mais conveniente, uma vez que as adições permitidas por norma estão limitadas a um percentual máximo de 5% de adição de material carbonático.

Tabela 11 – Análise química CP V - ARI

Determinações químicas	Cimento utilizado (% da massa)	Limites NBR 5733 (% da massa)
Resíduo insolúvel (RI)	0,79	≤ 1,0
Perda ao fogo (PF)	3,9	≤ 4,5
Óxido de magnésio (MgO)	0,76	≤ 6,5
Trióxido de enxofre (SO ₃)		
– quando C3A do clínquer - 8%	2,89	≤ 3,5
– quando C3A do clínquer > 8%	-	≤ 4,5
Anidrido carbônico (CO ₂)	2,48	≤ 3,0

Fonte: Adaptado NBR 5733 (ABNT, 1991, p.2).

Tabela 12 – Exigências físicas e mecânicas CP V - ARI

Características e propriedades		Unidade	Cimento utilizado	Limites NBR 5733
Finura	Resíduo na peneira 75µm	%	≤6	≤ 6
	Área específica	m ² /kg	475,6	≥ 300
Tempo de início de pega		min	125	≥ 60
Tempo de fim de pega		min	184	≤ 600
Expansibilidade a quente		mm	≤5	≤ 5
Resistência à compressão	1 dia de idade	MPa	29,2	≥ 14
	3 dias de idade	MPa	42	≥ 24
	7 dias de idade	MPa	46,1	≥ 34

Fonte: Adaptado NBR 5733 (ABNT, 1991, p.2).

Para caracterização do aglomerante utilizado nas dosagens deste estudo foram utilizados os ensaios normalizados pela ABNT descritos no Quadro 4.

Quadro 4 – Normas técnicas da ABNT para análise do cimento

Finalidade	Descrição da norma	Norma ABNT
Finura	Cimento Portland – Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método de Blaine)	NBR NM 76:1998
	Cimento Portland – Determinação da finura por meio da peneira 75 micrômetros (nº 200) – Método de ensaio	NBR 11579:2013
Tempo de pega	Cimento Portland – Determinação do tempo de pega	NBR NM 65:2003
Resistência à compressão	Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão	NBR 7215:1996
Constituição química	Cimento Portland – Análise química – Determinação de perda ao fogo	NBR NM 18:2012
	Cimento Portland – Análise química – Determinação de resíduo insolúvel	NBR NM 15:2012
	Cimento Portland e matérias-primas - Análise química por espectrometria de raios X - Método de ensaio	NBR 14656:2001

3.1.2 – Agregado miúdo

Conforme indicado na NBR 7215 (ABNT, 1996), na dosagem das argamassas foi utilizada areia normalizada cujos parâmetros estão descritos na NBR 7214 (ABNT, 2012).

As frações granulométricas do agregado graúdo encontram-se descritas na Tabela 13.

Tabela 13 – Frações granulométricas

Material retido entre as peneiras de abertura nominal de	Denominação
2,4 mm e 1,2 mm	Grossa
1,2 mm e 0,6 mm	Média grossa
0,6mm e 0,3 mm	Média fina
0,3 mm e 0,15 mm	Fina

Fonte: NBR 7214 (ABNT, 2012).

3.1.3 – Água

Embora a NBR 7215 (ABNT, 1996) permita o uso de água potável para dosagem das argamassas, optou-se, pelo uso da água deionizada, para redução da variabilidade do insumo.

A água utilizada apresentava condutividade de 18,2 MΩ.cm e temperatura de 25 °C.

3.2 – Plano experimental

Para cumprimento dos objetivos propostos foi definido o seguinte plano experimental:

- Caracterização mecânica das amostras por ensaio de compressão axial.
- Determinação de densidade das amostras:
 - real – por picnometria de hélio;
 - volumétrica – por picnometria de mercúrio.
- Determinação do percentual de porosidade total das amostras:
 - por picnometria de hélio e mercúrio
 - por microtomografia de raios X.

- Obtenção de parâmetros morfológicos por microtomografia de raios X:
 - percentual de porosidade aberta (%);
 - distribuição do tamanho de poros (%);
 - índice de fragmentação (mm^{-1});
 - dimensão fractal.

Na determinação da densidade real, são excluídos os poros e os espaços interpartículas, enquanto a densidade volumétrica os inclui.

A porosidade é definida pela fração do volume total de uma amostra a qual é ocupada por poros ou espaços vazios, englobando poros fechados e abertos. Já a porosidade aberta diz respeito apenas aos vazios que comunicam entre si por canais ou capilares de diâmetro variável (FERREIRA, 2000). Os poros abertos afetam diretamente a permeabilidade de fluidos no material, enquanto sua resistência mecânica é influenciada pelos poros abertos e fechados (COLOMBO, 2008).

A distribuição de tamanho de poros apresenta as frações do volume de poros que se encontram dentro de uma gama de tamanho indicado (ALIGIZAKI, 2006).

A fragmentação é caracterizada pela ruptura da conectividade. Quanto mais negativo for o índice de fragmentação (IF,) maior será a conectividade dos poros, favorecendo a permeabilidade do sistema.

A Dimensão Fractal (FD) representa o nível de irregularidade de um fractal e assume valores fracionários, uma vez que representa o nível de ocupação do espaço pela forma e não o espaço em si onde a forma está inserida. Sendo assim, quanto maior a irregularidade de uma forma, maior é a sua FD (BACKES e BRUNO, 2005). No que diz respeito à porosidade, a FD está relacionada com a distribuição espacial dos poros no interior da amostra. O software utilizado para cálculo dos parâmetros morfológicos das amostras, CTAnalyzer (SKYSCAN, 2009), utiliza a metodologia “*Box Counting*” para calcular a FD. De acordo com Backes e Bruno (2005), este é um dos métodos mais conhecidos e utilizados para estimar a dimensão fractal de uma forma ou imagem, devido a sua simplicidade e facilidade de implementação.

Na preparação dos corpos de prova (CP's) foram utilizados moldes convencionais de (5x10) cm e moldes especiais de (2x4) cm, cujas imagens são mostradas na Fig.18.



Fig. 18 – Moldes para corpos de prova de (2x4) cm e (5x10) cm

A produção dos corpos de prova foi dividida em 2 etapas. Na Etapa A, foram produzidos os CPs destinados aos ensaios de microtomografia de raios X e picnometrias de hélio e mercúrio, e, na Etapa B, foram confeccionados os CPs para o ensaio de resistência à compressão.

O Quadro 5 mostra o dimensionamento do número de CP's por ensaio, dimensão do CP e idade.

Quadro 5 – Ensaios, idade e especificação de CP's para plano experimental

Dias	Etapa A			Etapa B	
	* μ Tomografia CP + 1 CP reserva	Picnometrias He e Hg		** Resistência à Compressão	
	(2x4) cm	(2x4) cm	(5x10) cm	(2x4) cm	(5x10) cm
7	X	1	1	55	56
28	X	1	1	-	-
Total CP's	2	2	2	55	56

* Ensaio será realizado em único CP para todas as idades propostas. O 2º CP será moldado para eventual necessidade de contra prova.

** Devido a problemas de moldagem em alguns corpos de prova, houve uma diferença do número de amostras ensaiadas para as duas dimensões de CP.

3.2.1 – Preparação das argamassas – dosagem, moldagem e cura.

As argamassas foram dosadas utilizando os materiais especificados no item 3.1, com proporções e quantidades apresentadas na Tabela 14 e 15, respectivamente.

Tabela 14 – Traço para argamassas

Material	Especificação	Traço
Cimento Portland	CP-V	1
areia	normalizada	3
fator a/c	água destilada	0,48

Fonte: Adaptado NBR 7215 (ABNT, 1996).

Tabela 15 – Quantidade de materiais por dosagem

Material	Massa para mistura (g)
Cimento Portland	624 ± 0,4
Água	300 ± 0,2
Areia Norma	
- fração grossa	468 ± 0,3
- fração média grossa	468 ± 0,3
- fração média fina	468 ± 0,3
- fração fina	468 ± 0,3

Fonte: NBR 7215 (ABNT, 1996, p.7).

A quantidade de materiais, especificada pela norma NBR 7215 (ABNT, 1996) é destinada a produção de um volume de argamassa capaz de preencher 6 moldes de (5x10) cm, o que corresponde a um total de 1178 cm³, aproximadamente.

Na moldagem dos corpos de prova, foi utilizado o adensamento mecânico por meio de mesa vibratória. Foram utilizadas mesas distintas para os CPs de (5X10) cm e de (2X4) cm, sendo estas mostradas na Fig.19 e Fig.20, respectivamente.



Fig. 19 – Mesa vibratória para CP (5x10) cm



Fig. 20 – Mesa vibratória para CP (2x4) cm

O procedimento de moldagem dos CPs de (2x4) cm ocorreu em duas camadas, da seguinte forma:

- preenchimento total do molde com auxílio de uma espátula, com acomodação da argamassa em seu interior,
- encaixe de um extensor no topo do CP para complementação da argamassa;
- adensamento da argamassa por 40 segundos, com pequeno abatimento no volume de argamassa;
- retirada do extensor;
- quando necessário, complementação do molde com pequena quantidade de argamassa, pressionando-a com a face da espátula de modo a agrega-la à camada inferior;
- arrasamento e acabamento de topo com auxílio da espátula.

Já a moldagem dos CPs de (5x10) cm ocorreu em três camadas, de acordo com o seguinte procedimento:

- preenchimento total do molde com auxílio de uma espátula;
- adensamento da primeira camada por 40 segundos, com conseqüente abatimento no volume de argamassa;
- novo preenchimento total do molde;
- adensamento da segunda camada por 30 segundos, com novo abatimento no volume de argamassa;
- preenchimento do molde, excedendo um pouco o limite do topo;
- adensamento da última camada por 20 segundos;
- arrasamento e acabamento de topo com auxílio de uma espátula.

Ao final de cada moldagem, os CPs foram mantidos em câmara úmida por um período de 24 horas. Após o período de cura inicial, estes foram desmoldados, e submersos em tanque contendo água potável, instalado dentro da câmara úmida.

O CP destinado ao ensaio de microtomografia de raios X foi retirado do tanque com uma prévia de 1 hora da realização do ensaio. Já os CPs destinados aos ensaios de picnometria e

resistência à compressão, foram mantidos submersos até o momento de preparação dos mesmos para cada ensaio.

3.2.2 – Preparação dos corpos de prova e amostras

a) Microtomografia de raios X

Após a retirada do CP da câmara úmida, o mesmo foi superficialmente enxuto com um pano, imediatamente embalado em filme de PVC e mantido a temperatura ambiente.

Como foram previstas leituras em várias idades utilizando o mesmo corpo de prova, este foi embalado novamente, logo após o término do ensaio, e retornado para a câmara úmida (sem submersão no tanque de água). Esta metodologia foi baseada no procedimento utilizado por Kulakowski (2002) para evitar a interação dos CPs com o CO₂ presente no ar, excluindo-se a possibilidade de carbonatação e conseqüente alteração da estrutura de poros.

b) Picnometrias de He e Hg

Com o auxílio de uma serra de disco, os CPs com dimensão de (2x4) cm foram divididos em duas metades, por um corte longitudinal. Uma das metades foi destinada ao ensaio de picnometria de hélio e a outra à picnometria de mercúrio.

Para os CPs com dimensão (5x10) cm, foram realizados dois cortes ortogonais entre si, no sentido longitudinal do CP e um corte transversal, resultando em uma divisão de 8 partes de dimensões similares. A Fig.21 traz o modelo esquemático de corte dos CPs e a indicação das partes selecionadas para os ensaios. Pela divisão longitudinal, ¼ do corpo de prova foi selecionado para o ensaio de picnometria de He (parte 1 e parte 2) e outro ¼, oposto ao vértice da primeira amostra, foi reservado para o ensaio de picnometria de Hg (parte 1A e 2A).

Utilizando uma serra manual com lâmina de tungstênio, as partes destinadas ao ensaio de picnometria de mercúrio foram serradas, de forma a reduzi-las em frações passantes pelo bocal do frasco volumétrico. Durante este procedimento algumas partes se partiram, ficando as amostras irregulares e com tamanhos variados.

Após o procedimento de fracionamento, as amostras foram secas em estufa, a uma temperatura de (105±5) °C, por um período de aproximadamente 6 horas. Este tempo de

secagem foi suficiente para que duas pesagens sucessivas, intervaladas em 1 hora, não diferissem em mais de 0,5% da menor massa.

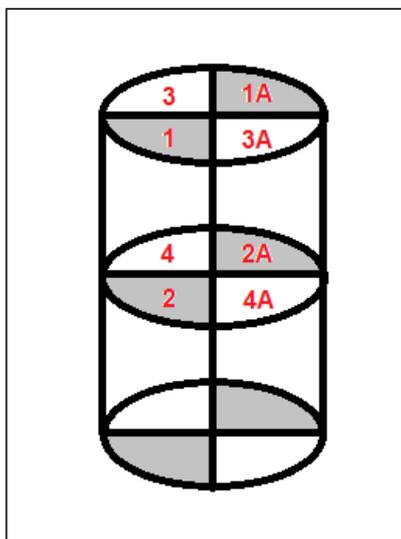


Fig. 21 – Esquema de corte do CP (5x10) cm

As partes destinadas ao ensaio de picnometria de hélio foram, então, pulverizadas em moinho de ágata até a obtenção de uma granulometria inferior a 75 μm , controlada por peneiramento (100% do material passante na peneira # 200). Finalizada a etapa de moagem, o material foi quarteado de modo a se obter uma fração de aproximadamente 3,6 gramas.

c) Resistência à compressão

Todos os CP's tiveram seu diâmetro medido com o auxílio de um paquímetro, cujo valor foi utilizado no cálculo da resistência à compressão e tiveram suas extremidades capeadas com enxofre, de modo a garantir o paralelismo entre as mesmas.

3.3 – Realização dos ensaios

A seguir são apresentadas as especificações técnicas dos equipamentos e metodologias para realização de casa ensaio proposto.

3.3.1 – Microtomografia de raios X

Para a realização da microtomografia computadorizada de raios X, foi utilizado um microtomógrafo de alta resolução, modelo SkyScan 1172. Este equipamento possui câmera CCD com resolução de 10 Mp (megapixel), tubo de raios X que opera dentro de um intervalo de tensão de 20 a 100 kV e potência de até 10 W.

O equipamento é controlado por um computador (*host*), que por sua vez encontra-se conectado em rede a um conjunto de computadores (*cluster*). Durante as etapas de reconstrução e produção dos modelos 3D, as tarefas são divididas entre os processadores do *host* e dos *clusters*, aumentando a capacidade de processamento do sistema. Este conjunto é mostrado na Fig.22.

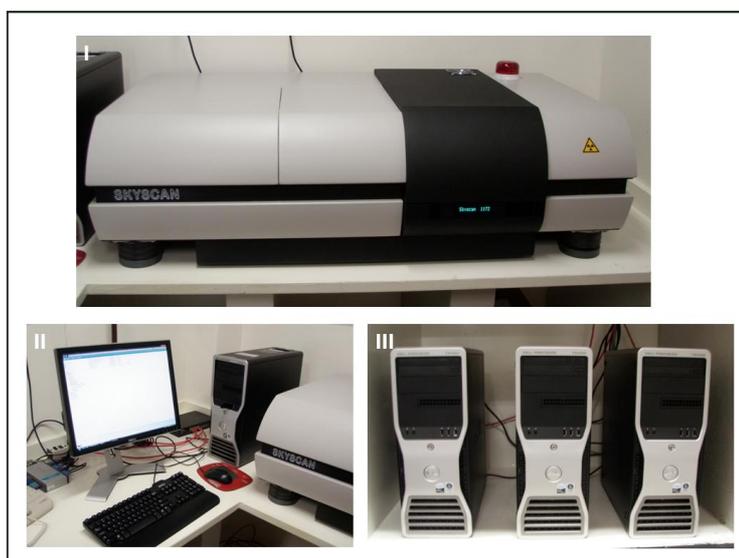


Fig. 22 – Equipamentos para microtomografia de raios X
I) Fotografia do microtomógrafo SkyScan 1172
II) Computador de controle e aquisição de dados (host)
III) Cluster de computadores

Para o escaneamento das imagens, foi utilizada uma tensão de 100kV, resolução de (2000 x 1048) pixels e filtro de Al+ Cu. Foi adotada uma rotação em ângulos de até 180°, a passos de 0,40°.

O corpo de prova foi posicionado no compartimento de amostra e fixado com massa de modelar. A distância dada entre a fonte de raios X e a amostra foi a máxima possível pelo equipamento utilizado. O tamanho do feixe gerado, a partir desta distância, permitiu a leitura de aproximadamente 18 mm da altura do CP e um tamanho de pixel de 17,2 μm . O porta

amostras foi posicionado de forma que a leitura fosse realizada em sua parte central, como mostra a Fig. 23.

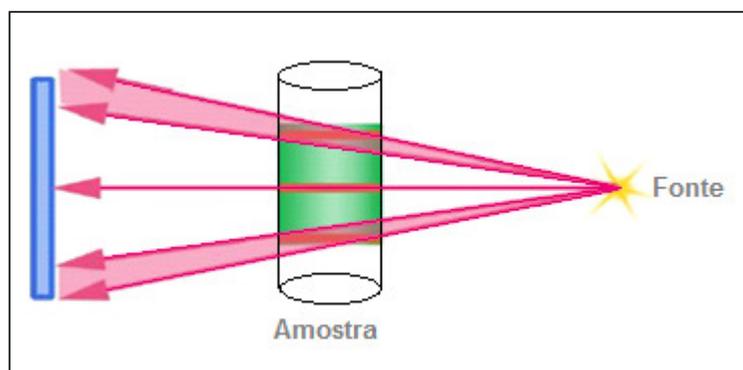


Fig. 23 – Trecho do CP submetido ao feixe de raios X

Foram obtidas, aproximadamente, 450 projeções provenientes do trecho escaneado da amostra. Para reconstrução das imagens foi utilizado o software NRecon, sendo geradas em média 1000 seções. O software CTAn (SKYSCAN, 2009) foi utilizado para calcular os parâmetros morfológicos de cada seção.

Os cálculos são executados a partir da seleção de uma região de interesse (ROI), conforme modelo esquemático apresentado na Fig.24. Para cada idade estudada, foram realizadas três seleções distintas de ROI, sendo estas: seção total da imagem, seção com recuo de 1,5 mm da borda e seção central com recuo de 5 mm da borda.

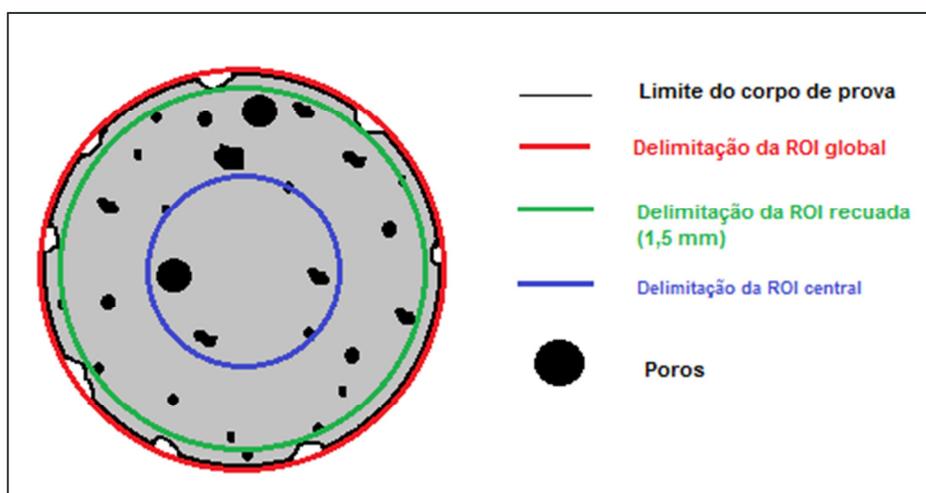


Fig. 24 – Delimitação das ROIs para cálculos morfométricos

O recuo de 1,5mm teve o intuito de excluir dos cálculos os defeitos presentes na superfície do corpo de prova, provenientes do aprisionamento de bolhas de ar junto à fôrma durante o processo de moldagem.

Já o recuo central foi realizado com a intenção de se obter uma condição de leitura similar a de corpos de prova obtidos pelo processo de extração de testemunho, com o objetivo de verificar se o material presente na parte interna do corpo de prova pode ser considerado representativo, em relação ao seu volume total.

Para cada situação de análise (idade do CP e região de interesse), o valor final de cada parâmetro investigado foi calculado pela média aritmética dos resultados obtidos para todas as seções reconstruídas da amostra, sendo também calculado a variação do resultado com um intervalo de confiança de 95%.

3.3.2 – Picnometrias de hélio e mercúrio

Os ensaios de picnometria de hélio foram realizados com o aparelho QUANTACROME STEREOPYCNOMETER - Modelo SPY-3 (Fig. 25), utilizando-se o porta- amostra de menor volume, sendo este o mais compatível com o volume da amostra.



Fig. 25 – Picnômetro de hélio

A massa da amostra foi obtida antes da realização picnometria de hélio, sendo registrados os valores de cinco pesagens consecutivas e calculada sua média. A amostra foi depositadas na câmara de gás, e então realizadas 3 purgas com gás hélio para remoção de impurezas e eventual umidade. Após este procedimento foram obtidas 5 leituras consecutivas das pressões. Pela média das pressões, foi calculado o volume médio do sólido, utilizando a Eq.4 (apresentada no capítulo 2). Pela relação entre a massa e o volume da amostra, obteve-se a densidade real do material.

A picnometria de mercúrio foi realizada em um frasco volumétrico com capacidade para 100 ml. Para o CP com dimensão de (5x10) cm, o ensaio foi realizado em duas etapas, sendo na primeira utilizados os fragmentos provenientes da parte superior do CP (parte 1A) e na segunda, os fragmentos provenientes da parte inferior (parte 2A).

Foram realizadas 5 pesagens consecutivas dos fragmentos de argamassa, do frasco vazio, do frasco cheio de mercúrio e do frasco com mercúrio e fragmentos introduzidos, sendo cada massa calculada pela média das pesagem. Conforme a descrição de cálculo apresentada na seção 2.3, item “e,” a densidade volumétrica foi calculada.

De posse dos valores de densidade real e densidade volumétrica, obtidos pelos ensaios de picnometria de hélio e mercúrio, foram utilizadas as equações Eq.15, Eq.16 e Eq.17 para o cálculo da porosidade.

$$V_{poros} = \frac{\rho_{real} - \rho_{vol}}{\rho_{real} \times \rho_{vol}} \quad (15)$$

$$V_{sólid.} = \frac{1}{\rho_{real}} \quad (16)$$

$$Porosidade_{\%} = \frac{V_{poros}}{V_{poros} + V_{sólid.}} \times 100 \quad (17)$$

3.3.3 – Resistência à compressão

Para ambas as dimensões de CP, no ensaio de rompimento à compressão foi utilizada foi utilizada uma velocidade de carregamento de $(0,25 \pm 0,05)$ MPa/s, conforme especificação da NBR 7215 (ABNT, 1996).

Para o ensaio à compressão dos CPs (2x4) cm, foi utilizada a máquina Universal servo-elétrica com capacidade de 30 kN, com uma junta universal especial adequada ao CP e uma célula de carga com fundo de escala de 10 kN.

Para os CPs de (5 x 10) cm, foi utilizada a máquina Universal servo-elétrica com capacidade de 300 kN, com uma junta universal especial adequada ao CP e uma célula de carga com fundo de escala de 300 kN.

As máquinas foram calibradas por um laboratório acreditado no INMETRO em abril de 2013.

4

APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos para os ensaios propostos no capítulo 3, bem como suas análises.

São realizadas análises comparativas entre os valores de resistência mecânica, na idade de 7 dias, dos corpos de prova com dimensão especial de (2x4) cm e dos corpos de prova com dimensão normalizada de (5x10) cm. Já seus valores de porosidade total, calculados a partir dos resultados de densidade real e volumétrica, obtidos pelas técnicas de picnometria de hélio e mercúrio, respectivamente, são apresentados e analisados para as idades de 7 e 28 dias.

Por fim, os resultados de porosidade do corpo de prova de (2x4) cm, bem como os resultados de seus parâmetros morfológicos, obtidos a partir da técnica de microtomografia de X, são avaliados para a idade de 7 e 28 dias.

4.1 – Resistência à compressão

A necessidade de se produzir corpos de prova com tamanho reduzido, para o ensaio de microtomografia de raios X, motivou a realização de ensaios comparativos de resistência à compressão entre CPs com dimensão padrão de (5x10) cm e dimensão especial de (2x4) cm.

Os resultados de resistência à compressão dos corpos de prova de (5x10) cm e (2x4) cm, ensaiados na idade de 7 dias, são apresentados nas Tabelas 16 e 17, respectivamente.

Na Fig. 26 é apresentado o gráfico de dispersão para os resultados de resistência à compressão dos CPs. Observa-se que um maior número de CPs com dimensão de (2x4) cm atingiu resistências superiores a 40 MPa. Os maiores valores de resistências à compressão também pertencem a corpos de prova do referido grupo.

Tabela 16 – Resistência à compressão 7 dias CP padrão (5x10 cm)

CP	fc (MPa)	CP	fc (MPa)
1	39,38	29	39,92
2	40,16	30	41,95
3	41,94	31	34,64
4	35,58	32	43,28
5	35,04	33	38,99
6	35,67	34	38,22
7	41,58	35	38,70
8	34,89	36	35,87
9	39,36	37	35,72
10	41,81	38	40,40
11	41,40	39	39,46
12	36,65	40	37,65
13	39,51	41	37,80
14	38,08	42	38,36
15	35,21	43	38,18
16	39,48	44	39,11
17	36,91	45	40,16
18	38,31	46	39,91
19	38,91	47	38,69
20	37,88	48	36,56
21	40,49	49	36,04
22	37,22	50	40,56
23	38,16	51	40,99
24	40,40	52	40,43
25	35,91	53	41,52
26	38,59	54	39,92
27	41,74	55	41,35
28	42,06	56	39,48

Tabela 17 – Resistência à compressão 7 dias CP especial (2x4 cm)

CP	fc (MPa)	CP	Fc (MPa)
1	48,11	29	40,54
2	37,76	30	38,74
3	42,31	31	43,32
4	40,88	32	37,03
5	42,31	33	42,73
6	39,77	34	34,73
7	35,89	35	43,68
8	43,32	36	39,87
9	43,08	37	41,49
10	38,61	38	41,07
11	44,94	39	38,50
12	39,18	40	38,42
13	40,77	41	36,44
14	39,34	42	40,76
15	42,04	43	35,79
16	40,80	44	41,04
17	44,07	45	40,57
18	37,95	46	39,72
19	40,92	47	35,25
20	37,63	48	41,32
21	43,36	49	37,16
22	43,11	50	39,58
23	43,73	51	35,98
24	39,33	52	38,76
25	43,49	53	39,12
26	34,47	54	37,47
27	36,39	55	34,43
28	41,34	-	-

Na Tabela 18 são apresentados os valores para referencial estatístico das resistências à compressão. Nota-se que os CPs de (2x4) cm e (5x10) cm apresentaram valores muito próximos para a resistência mínima, contudo o valor de resistência máxima do CP (2x4) cm foi bastante superior. Este também apresentou uma maior resistência média e um maior

desvio padrão dos resultados. Para ambas as dimensões de CP, o valor da mediana se apresentou bem próximo do valor da média, o que indica uma curva de distribuição bem próxima da distribuição Normal.

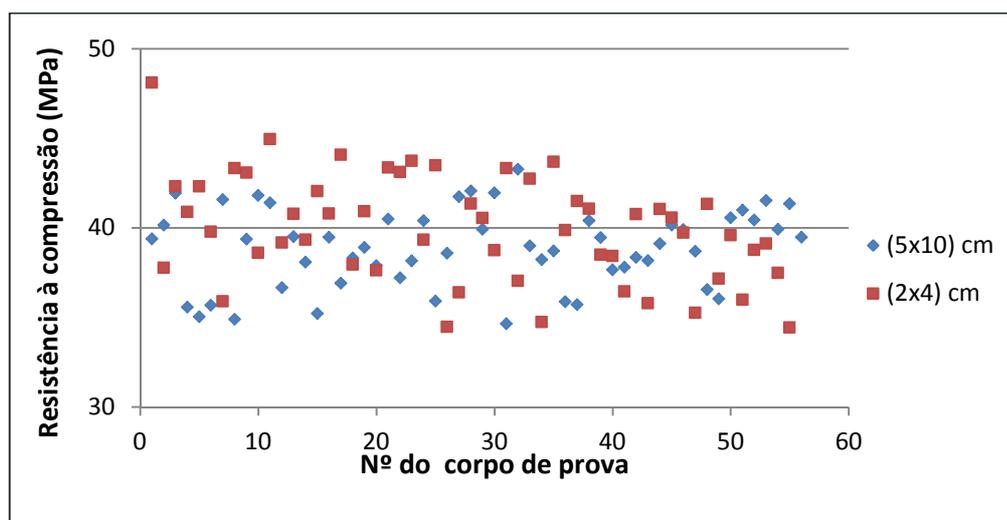


Fig. 26 – Gráfico de dispersão para resistência dos CPs aos 7 dias

A partir dos valores de resistência média e desvio padrão, foi calculado o coeficiente de variação de Pearson (cv), sendo o maior valor apresentado pelo grupo de CPs com dimensão de (2x4) cm. O cv indica a variabilidade dos resultados (desvio padrão) em relação à média. Quanto menor for o seu valor, mais homogêneos serão os dados.

Para análise dos valores de resistência média dos CPs, foi aplicado o teste de hipótese baseado na distribuição de probabilidade T de Student (ou teste estatístico T) para amostras independentes. Este teste é utilizado para avaliar se há diferença significativa da média de uma medida entre dois grupos. A hipótese nula é de que a média é igual entre os dois grupos. A hipótese alternativa é de que a média é diferente. Se o p-valor, probabilidade de errar ao rejeitar a hipótese nula, for menor que 5%, rejeita-se a hipótese nula. Ou seja, assume que a média é diferente entre os dois grupos.

No caso desse estudo, o p-valor encontrado foi de 2,7%, indicando que há uma diferença significativa entre a resistência à compressão dos dois grupos, sendo a resistência do cilindro

(2x4) cm maior. Contudo, analisando as médias nos dois grupos, é possível ver que, apesar de, estatisticamente, a diferença ser significativa, as médias são muito próximas.

Tabela 18 – Referencial estatístico da resistência à compressão dos CPs aos 7 dias

Parâmetro	(5x10) cm	(2x4) cm
Mínimo (MPa)	34,64	34,43
Máximo (MPa)	43,28	48,11
Média (MPa)	38,86	39,97
Mediana (MPa)	39,05	39,87
Desv. Pad	2,17	2,96
Coeficiente variação (%)	5,6	7,4

Para efeito comparativo, foi realizado um novo teste de hipótese utilizando-se o teste de distribuição de probabilidade de Fisher-Snedecor (teste F) para a comparação de variância. Obteve-se um p-valor igual a 0,024 (2,4%), indicando novamente que a variabilidade para os CPs de (2x4) cm é significativamente maior em relação ao CP de (5x10) cm.

A Fig. 27 apresenta o gráfico *boxplot*¹³ (gráfico de caixa) de distribuição da tensão para os dois cilindros. É possível observar que a variabilidade da tensão utilizando o cilindro 2x4 é um pouco maior em relação ao cilindro 5x10. O *boxplot* identifica onde estão localizados 50% dos valores mais prováveis, a mediana e os valores extremos.

A Fig. 28 apresenta a distribuição de frequência do percentual de CPs por classe de resistência à compressão. Nota-se que o maior percentual assumido pelos CPs de (5x10) cm foi a classe de 39 MPa. Já para os CPs de (2x4) cm foi a classe de 41 MPa.

¹³ O *boxplot* é formado pelo primeiro e terceiro quartil e pela mediana. As hastes inferiores e superiores se estendem, respectivamente, do quartil inferior até o menor valor não inferior ao limite inferior e do quartil superior até o maior valor não superior ao limite superior.

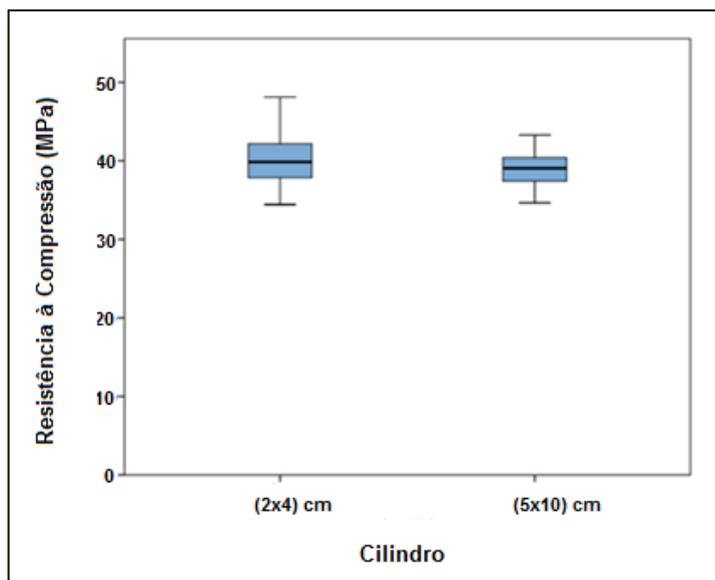


Fig. 27 – *Boxplot* para distribuição de resistência à compressão dos cilindros

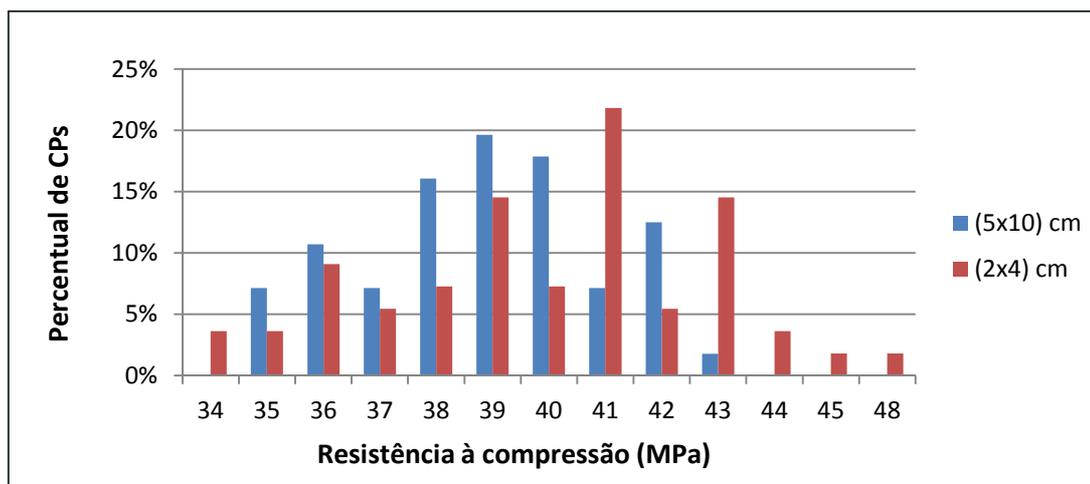


Fig. 28 – Distribuição de frequência do percentual de CPs por classe de resistência à compressão

4.2 – Densidade das amostras por picnometrias de He e Hg

As Tabelas 19 e 20 apresentam os resultados da densidade real e volumétrica, obtidos pela picnometria de hélio e mercúrio, respectivamente, para os CPs com dimensão de (2x4) cm e (5x10) cm.

Tabela 19 – Densidade real por picnometria de He

CP (cm)	7 dias (g/cm ³)	28 dias (g/cm ³)
2x4	2,58 ± 0,01	2,59 ± 0,01
5x10	2,59 ± 0,01	2,56 ± 0,01

As densidades reais, obtidas para as duas dimensões de CP, apresentaram valores muito próximos, o que já era esperado, uma vez que possuem o mesmo material constituinte e foram submetidos a um processo de produção similar.

Embora, normalmente, sejam esperadas alterações na densidade real dos materiais cimentícios ao longo das idades, ocasionadas por mudanças em sua microestrutura devido ao processo de hidratação do cimento, a diferença entre os valores obtidos foi pequena. Este resultado pode ser consequência de uma aceleração deste processo de hidratação, ocasionada pela secagem das amostras em estufa, a uma temperatura de (105±5) °C.

Tabela 20 – Densidade volumétrica por picnometria de Hg

CP (cm)	7 dias (g/cm ³)	28 dias (g/cm ³)
2x4	2,17 ± 0,01	2,18 ± 0,01
5x10 (1A)	2,12 ± 0,02	2,09 ± 0,02
5x10 (2A)	2,10 ± 0,3	2,06 ± 0,02
5x10 (média)	2,11 ± 0,3	2,08 ± 0,04

1A – fragmentos provenientes da parte superior do CP.

2A – fragmentos provenientes da parte inferior do CP.

média – (1A + 2A) ÷ 2

Comparando os valores de densidade volumétrica, obtidos para as amostras provenientes da parte superior (1A) e da parte inferior (2A) do corpo de prova com dimensão (5x10) cm, e levando-se em consideração a incerteza das medidas, os resultados obtidos para as amostras 1A foram semelhantes, para ambas as idades analisadas.

Quanto ao tamanho dos corpos de prova, os valores obtidos para o CP com dimensão de (2x4) cm foram superiores aos apresentados pelo CP com dimensão de (5x10) cm. A variação

percentual entre o valor médio do CP (5x10) cm e o CP (2x4) cm, para as idades de 7 e 28 dias, foi de 2,8% e 4,8%.

Em relação à idade, o CP com dimensão de (2x4) apresentou um pequeno aumento da densidade volumétrica aos 28 dias, sendo a variação percentual de 0,5%. Já para o CP de (5x10) cm, os resultados apontaram um decréscimo no valor da densidade aos 28 dias, tanto para a amostra da parte superior (1A), quanto para a amostra da parte inferior (2A), sendo a variação percentual de 1,4% e 1,9%, respectivamente.

Entretanto, é importante salientar que as amostras (7 e 28 dias) não foram obtidas a partir de um mesmo corpo de prova, e apesar de todos os esforços para se padronizar o processo de moldagem dos CPs, alguns desvios são passíveis de ocorrer. Estes desvios podem influenciar nos resultados, uma vez que o processo de moldagem tem relação direta com a estrutura interna dos materiais cimentícios.

4.3 – Porosidade das amostras por picnometrias e μ -CT

Com os valores de densidade real e densidade volumétrica, obtidos pelos ensaios de picnometria de hélio e mercúrio, foi calculada a porosidade das amostras, cujos valores são apresentados na Tabela 21.

Os valores obtidos para a porosidade dos corpos de prova ensaiados, se mantiveram muito próximos, entre as idades de 7 e 28 dias. Os menores valores de porosidade foram apresentados pelos CPs de (2x4) cm, ficando sua variação percentual cerca de 13% menor que os valores médios do CP de (5x10) cm,.

Como a resistência mecânica do concreto é significativamente afetada pela porosidade de sua estrutura interna (LIAN, 2011), esta menor porosidade apresentada pelo CP de (2x4) cm justifica a maior média de resistência à compressão alcançada por estes CPs, em relação aos CPs de (5x10) cm.

Tabela 21 – Percentual de Porosidade por picnometrias

CP (cm)	7 dias (%)	28 dias (%)
2x4	16,1 ± 0,5	16,4 ± 0,6
5x10 (1A)	18,3 ± 0,2	18,4 ± 0,1
5x10 (2A)	18,6 ± 0,2	19,4 ± 0,1
5x10 (1A + 2A)	18,6 ± 0,4	18,7 ± 0,2

1A – fragmentos provenientes da metade superior do CP.
2A – fragmentos provenientes da metade inferior do CP.
1A + 2A – Porosidade calculada a partir dos valores médios de densidade volumétrica.

Na Tabela 22, são apresentados os resultados de porosidade obtidos pelo ensaio de microtomografia de raios X para as idades de 7 e 28 dias do corpo de prova (2x4) cm, considerando 3 regiões de análise do corpo de prova (global, central e recuada).

Salienta-se que o ensaio de microtomografia de raios X foi realizado apenas no CP com dimensão de (2x4) cm, uma vez que o CP (5x10) cm apresentou dimensões superiores à capacidade de leitura do equipamento utilizado, para o material estudado. Foi feita uma tentativa de se realizar leituras em uma das partes fracionadas do CP de (5x10) cm destinadas aos ensaios de picnometria (como mostrado na Fig. 21 da seção 3.2.2 item “b”), contudo a fração também não pode ser lida pelo microtomógrafo.

Tabela 22 – Percentual de porosidade por μ -CT

ROI	7 dias (%)	28 dias (%)
Global	36,1 ± 0,1	20,0 ± 0,1
Recuada	36,4 ± 0,1	16,9 ± 0,1
Central	36,4 ± 0,1	12,9 ± 0,1

Comparando os resultados obtidos para a idade de 7 dias, percebe-se que, independente da região de interesse selecionada, os valores não variaram. O mesmo não procede para a idade de 28 dias, havendo uma variação significativa entre as ROIs (*Regions of Interest*) global e

central, e tendo a ROI recuada apresentado um valor situado em uma faixa intermediária, tomando como referência as demais ROIs. Isto significa que, aos 7 dias, o material apresentava uma distribuição uniforme da porosidade ao longo da seção. Entretanto, aos 28 dias esta homogeneidade desaparece, e a área central passa a ter uma razão entre “volume de vazios/volume total” menor que o da região global e/ou recuada, ou seja, há uma maior concentração de vazios nas camadas mais externa do CP.

Ao contrário do ocorrido com a porosidade por picnometrias, houve grande variação entre os valores obtidos nas duas idades analisadas (7 e 28 dias). Este resultado ratifica a hipótese de que a utilização do calor para secagem das amostras de picnometria, a qual não ocorreu para o ensaio de μ -CT, promoveu uma aceleração e posterior estabilização no desenvolvimento da microestrutura do material. Desta forma, na idade de 7 dias, o material assumiu uma estrutura de poros correspondente a de idades mais avançadas.

Os percentuais de porosidade, apresentados na Tabela 20, representam uma média global dos valores de porosidade obtidos para as seções geradas a partir da leitura com o microtomógrafo (1042 seções para a leitura aos 7 dias e 1038 seções para leitura aos 28 dias), e o erro foi calculado a partir do desvio padrão entre as leituras das seções, dentro de um intervalo de confiança de 95%. A Figura 29 mostra a região, ao longo da altura do CP, na qual foi realizada a leitura com o microtomógrafo de raios X. A posição de cada seção gerada é identificada por uma numeração crescente que se inicia a partir da extremidade superior da região submetida aos feixes de raios X.

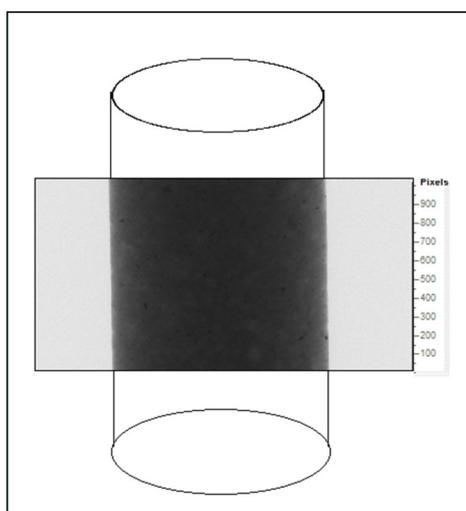


Fig. 29 – Região do CP submetida à leitura com microtomógrafo

A Tabela 23 fornece informações sobre os valores mínimos e máximos de porosidade, com indicação do número da seção correspondente, para cada ROI analisada na idade de 7 dias. A Tabela 24 apresenta as mesmas informações para a idade de 28 dias.

Tabela 23 – Porosidade mínima e máxima na idade de 7 dias por μ -CT

7 dias (total: 1042 seções)						
Valor	Global		Recuada (1,5 mm)		Central	
	Seção	Porosidade (%)	Seção	Porosidade (%)	Seção	Porosidade (%)
mínimo	nº 729	34,05	nº 728	34,16	nº 721	32,54
máximo	nº 001	41,01	nº 001	41,53	nº 003	43,08

Tabela 24 – Porosidade mínima e máxima na idade de 28 dias por μ -CT

28 dias (total: 1038 seções)						
Valor	Global		Recuada (1,5 mm)		Central	
	Seção	Porosidade (%)	Seção	Porosidade (%)	Seção	Porosidade (%)
mínimo	nº 246	18,03	nº 556	14,46	nº 205	9,35
máximo	nº 001	29,08	nº 001	26,50	nº 001	22,73

Em relação à ROI, os valores mínimos e máximos de porosidade, na idade de 7 dias, se apresentaram muito próximos. Já para idade de 28 dias, a variação foi significativa, sendo que a região recuada apresentou valores intermediários entre a região global e central, tanto para a porosidade mínima, quanto para a porosidade máxima. Estes resultados seguem a tendência encontrada na análise da porosidade total.

A comparação dos resultados de porosidade, obtidos por ambas as técnicas, é apresentada na Figura 30. Analisando os resultados aos 28 dias de idade nota-se que a leitura da região recuada é a que mais se aproxima do resultado obtido pelos ensaios de picnometria.

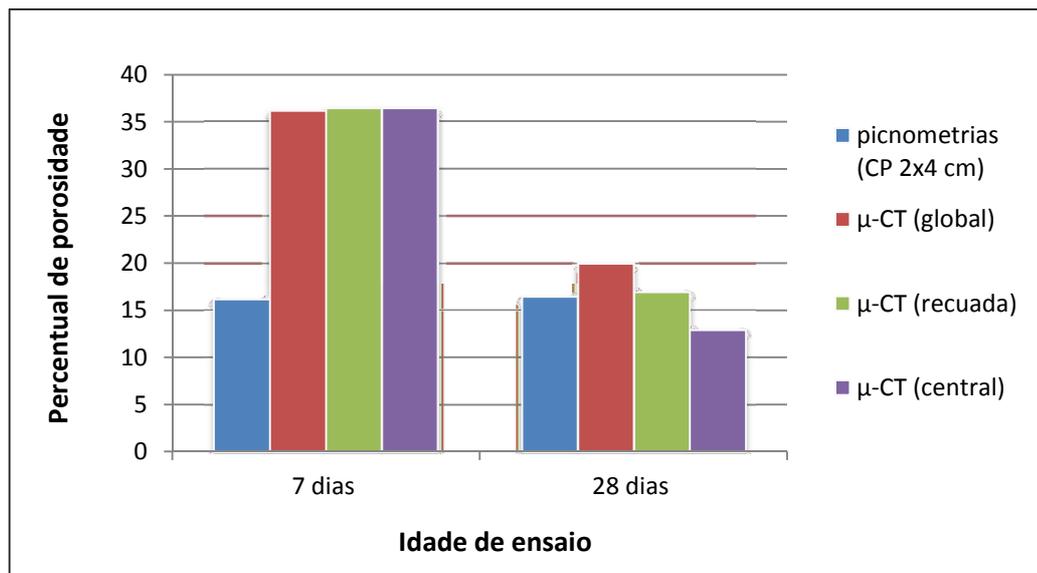


Fig. 30 – Valores de porosidade obtidos por μ -CT e picnometrias de hélio e mercúrio

O resultado apresentado pela ROI recuada foi obtido a partir da região indicada pela Figura 31. A maior porosidade apresentada pela ROI global, em relação à ROI recuada, é causada pelo fato de sua delimitação incluir as irregularidades da superfície do CP, as quais são contabilizadas como poros. Já na ROI recuada, estas irregularidades foram excluídas.

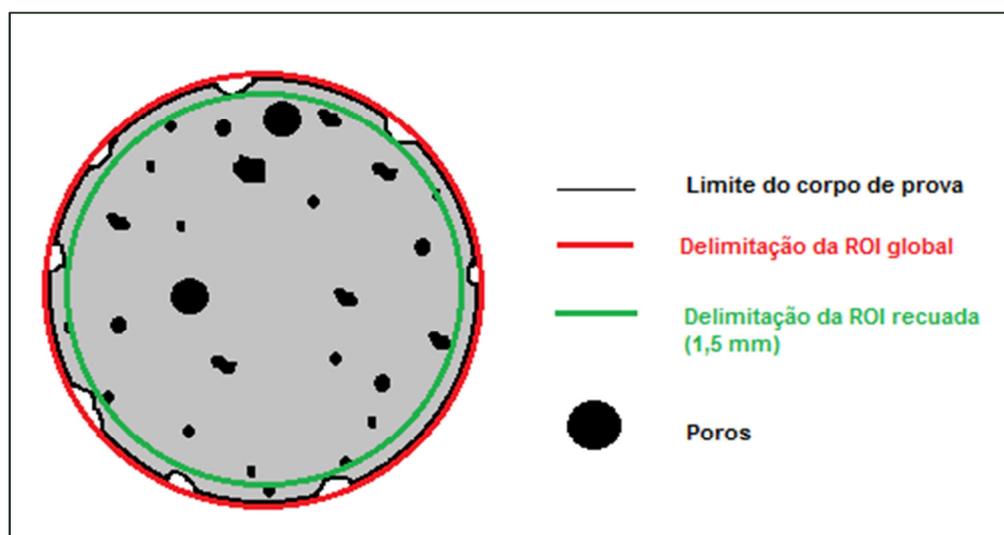


Fig. 31 – Delimitação da ROI global e recuada no CP

4.4 – Parâmetros morfológicos por microtomografia de raios X

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos para os parâmetros morfológicos contemplados neste estudo. Estes foram calculados a partir da média dos resultados obtidos para todas as seções geradas em cada leitura, sendo um total de 1042 seções para a leitura aos 7 dias e 1038 seções para leitura aos 28 dias. Os erros foram calculados a partir do desvio padrão entre as seções, dentro de um intervalo de confiança de 95%.

A Tabela 25 apresenta os resultados de porosidade aberta, para as condições de análise propostas.

Tabela 25 – Percentual de porosidade aberta por μ -CT

ROI	7 dias (%)	28 dias (%)
Global	4,6 \pm 0,1	5,37 \pm 0,04
Recuada	5,7 \pm 0,1	2,69 \pm 0,05
Central	7,8 \pm 0,2	1,49 \pm 0,06

Nota-se uma grande variação entre os valores obtidos para as ROIs. Na idade de 7 dias o maior e menor valor de porosidade aberta foi o da região central e global, respectivamente. Já aos 28 dias, este resultado se inverteu.

Como já citado no capítulo 3, a porosidade aberta diz respeito apenas aos vazios que se comunicam, afetando diretamente a permeabilidade do material. No caso da ROI central, em poros que efetivamente não possuem conectividade com a superfície do corpo de prova poderão ser contabilizados como porosidade aberta, sem que de fato estes contribuam para permeabilidade no material. Entretanto, as análises na ROI central foram realizadas com a intenção de se obter uma condição de análise similar a de amostras retiradas do interior de corpos de prova, pelo processo de extração de testemunho (muito utilizado em estudos de porosidade), com o objetivo de verificar se o material presente na parte interna do corpo de prova pode ser considerado representativo, em relação ao seu volume total. Todavia, os resultados obtidos para as ROIs foram muito discrepantes.

Mesmo que os poros da região central, contabilizados como “abertos”, não contribuam de fato para a permeabilidade do sistema, esta redução de porosidade aos 28 dias dá indícios que poros presentes no interior do CP, os quais estavam conectados entre si, perderam esta conectividade durante a formação de novos produtos de hidratação do cimento. Baseado na discrepância dos resultados, aparentemente, este processo de hidratação ocorreu de forma mais intensa na região central, em idades posteriores aos 7 dias.

Na Tabela 26, são apresentados os resultados para análise do diâmetro médio de poros.

Tabela 26 – Diâmetro médio de poros por μ -CT

ROI	7 dias (μm)	28 dias (μm)
Global	62,15 \pm 0,03	55,4 \pm 0,1
Recuada	62,45 \pm 0,03	52,4 \pm 0,1
Central	63,1 \pm 0,1	47,0 \pm 0,1

Para todas as regiões de interesse, houve uma redução do diâmetro médio de poros da idade de 7 para 28 dias. Esta redução tem como causa provável o refinamento dos poros devido ao avanço do processo de formação dos produtos de hidratação do cimento, e pode ser associada à redução percentual de porosidade, apresentada na Tabela 20.

Com relação à ROI, os resultados para a idade de 7 dias não apresentaram variações significativas. Já para a idade de 28 dias, a região central apresentou um diâmetro médio um pouco menor que as demais regiões, o que dá indícios de haver uma maior concentração de poros com diâmetros maiores na região mais externa do CP.

A Tabela 27 mostra os resultados para o índice de fragmentação do sistema. Estes apontam uma maior conectividade dos poros para a idade de 7 dias, não havendo variação significativa entre as regiões analisadas.

Para a idade de 28 dias, houve uma redução significativa da conectividade uma vez que os resultados assumiram valores positivos. Comparando os valores das ROIs, a região central apresentou uma menor conectividade do que a região global, e a região recuada assumiu um valor intermediário.

Tabela 27 – Índice de fragmentação por μ -CT

ROI	7 dias (μm^{-1})	28 dias (μm^{-1})
Global	-14,9 \pm 0,1	6,6 \pm 0,1
Recuada	-15,1 \pm 0,2	11,0 \pm 0,1
Central	-15,0 \pm 0,2	16,8 \pm 0,1

Na Tabela 28 são apresentados os resultados de dimensão fractal (FD). A FD está relacionada com a distribuição espacial dos poros no interior da amostra. Um maior número de poros levará ao aumento da FD.

Tabela 28 – Dimensão fractal por μ -CT

ROI	7 dias	28 dias
Global	1,756 \pm 0,001	1,447 \pm 0,002
Recuada	1,757 \pm 0,001	1,412 \pm 0,003
Central	1,759 \pm 0,001	1,326 \pm 0,003

Para a idade de 7 dias, não houve variação significativa entre as regiões de interesse analisadas. Na idade de 28 há uma redução da FD, o que indica uma redução do número de poros. Além disto, a ROI central apresentou o menor valor de FD, ou seja, a presença de um menor número de poros, em comparação às regiões mais externa do CP.

4.5 – Distribuição de frequências dos parâmetros morfológicos obtidos por μ -CT aos 7 e 28 dias

A seguir, são apresentados os diagramas de distribuição de frequência para porosidade e parâmetros morfológicos estudados, considerando todas as seções geradas em cada leitura realizada com o microtomógrafo de raios X, conforme indicado na Fig. 26, sendo geradas 1042 seções para a leitura aos 7 dias e 1038 seções para leitura aos 28 dias.

A Fig. 32 é apresentada no intuito de facilitar a compreensão sobre o comportamento apresentado pelos gráficos de distribuição de frequência. Visualizando a imagem, e utilizando a teoria dos conjuntos, pode-se concluir que a interseção entre a ROI global e recuada é a própria ROI recuada ($\text{ROI global} \supset \text{ROI Recuada}$), e a interseção entre a ROI global, recuada e central é a própria ROI central ($\text{ROI global} \supset \text{ROI Recuada} \supset \text{ROI central}$). Ou seja, a ROI central é contabilizada nos cálculos da ROI recuada e da ROI global ($\text{ROI central} \subset \text{ROI Recuada} \subset \text{ROI global}$).

Assim pode-se concluir que, eventuais mudanças no comportamento da distribuição de frequências entre duas ROIs são ocasionadas pelas características pertinentes ao material presente fora da área de interseção entre as ROIs em questão.

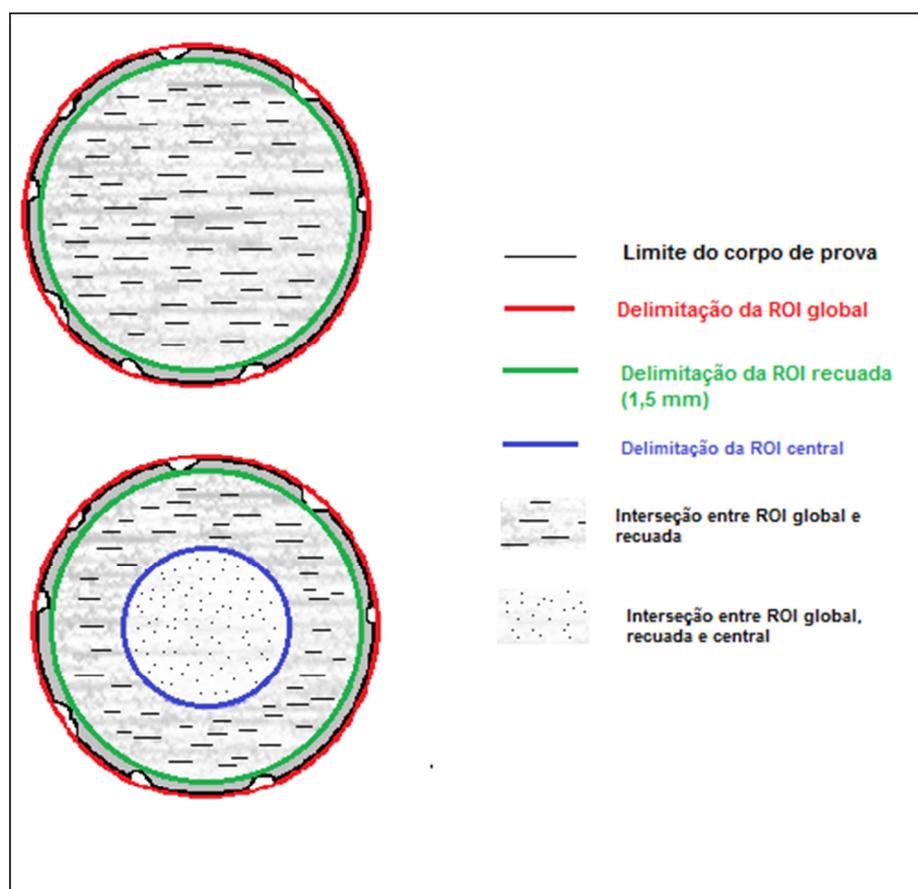


Fig. 32 – Delimitação das ROIs global, recuada e central

As Figuras 33 e 34 apresentam o diagrama de distribuição frequência para porosidade nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

Aos 7 dias, embora os valores médios de porosidade tenham sido muito próximos (ver Tabela 20), a distribuição de frequência da ROI central se diferenciou das demais. As ROIs global e recuada, por sua vez, apresentaram distribuições muito próximas.

A frequência máxima para a ROI global se encontra na classe de 36% de porosidade, já para ROI recuada foi a classe de 37%. A ROI central teve sua frequência máxima na classe de 37% de porosidade, seguida da classe de 38%, contudo apresentou distribuição de frequência até a classe de 45%, enquanto as demais só apresentaram distribuição até a classe de 41% e 42% (global e recuada, respectivamente) e em menor frequência. Desta forma, as maiores classes de porosidade foram alcançadas por seções da ROI central.

Analisando os resultados perante a relação apresentada na Eq. 18 para cálculo da porosidade, pode-se concluir que há uma maior concentração de poros na região central do CP. Isto porque, ao se realizar os cálculos delimitando apenas a ROI central, foram obtidas frequências com classes de porosidade maiores, porém, quando os cálculos foram realizados incorporando a região mais externa do CP (ROI global ou recuada), a relação V_{poros}/V_{total} diminuiu.

$$Porosidade_{\%} = \frac{V_{poros}}{V_{poros} + V_{sólid.}} \times 100 \quad (18)$$

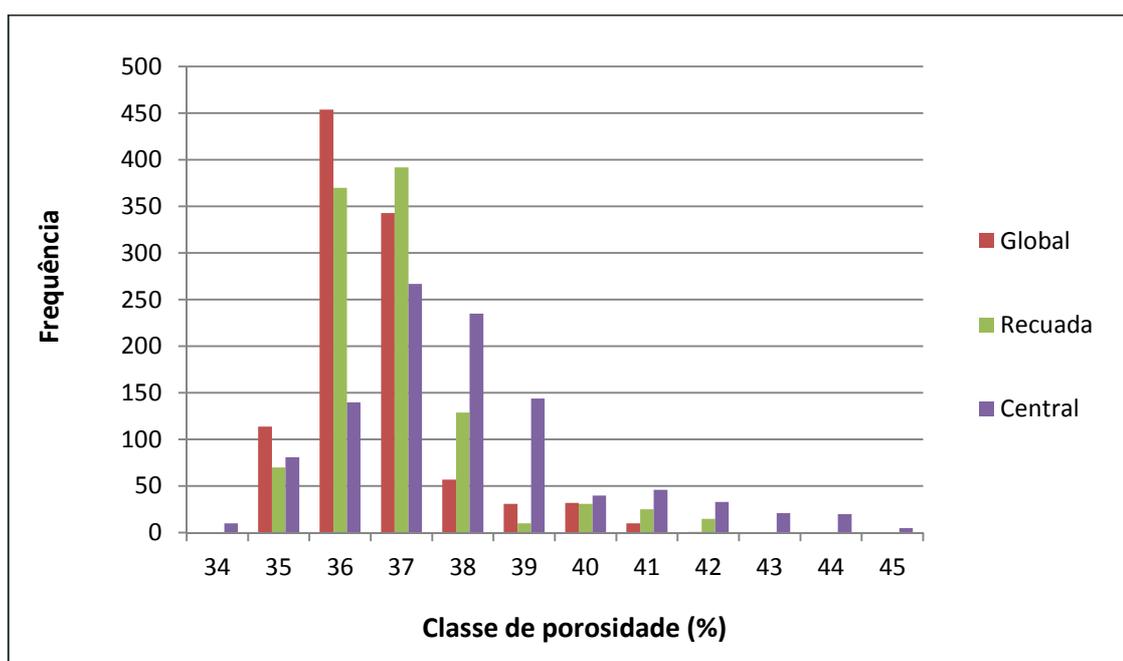


Fig. 33 – Distribuição das seções por classe de porosidade na idade de 7 dias

Na idade de 28 dias, a distribuição de frequência apresentou um deslocamento entre as médias. Diferentemente do comportamento apresentado aos 7 dias, as maiores frequências da ROI central encontram-se distribuídas entre as menores classes de porosidade. As maiores frequências da ROI global assumiram classes de porosidade mais elevadas. Já a distribuição da ROI recuada apresentou valores intermediários entre as frequências da ROI central e global.

A maior frequência assumida por cada ROI aproximou-se muito do valor de porosidade média apresentada na Tabela 20, sendo os picos de frequência de 12% a 13% para a ROI central, 17% para a ROI recuada e 20% para a ROI global.

A proporção de concentração de poros sofreu uma inversão ao resultado obtido para os 7 dias. Analisando o gráfico, perante a relação apresentada na Eq. 18 para cálculo da porosidade, conclui-se que há uma menor concentração de poros na região central do CP.

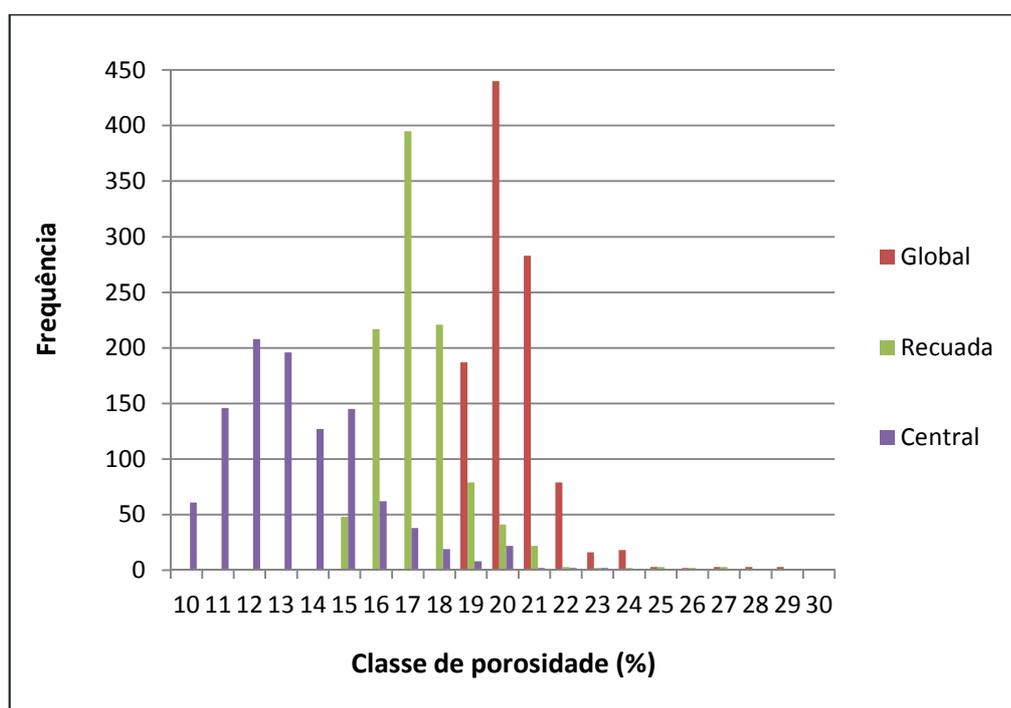


Fig. 34 – Distribuição das seções por classe de porosidade na idade de 28 dias

As Figuras 35 e 36 apresentam o diagrama de frequência para porosidade aberta nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

Aos 7 dias, as médias se mostram deslocadas, contudo a distribuição de frequência das ROIs global e recuada se apresentam mais próximas, quando comparadas à distribuição da ROI central. As frequências da ROI Central encontram-se distribuídas entre classes de porosidade aberta mais altas que as alcançadas pelas ROIs global e recuada. Esta redução da porosidade aberta, ao se incluir as camadas mais externas do CP, dá indícios de que alguns poros, os quais foram contabilizados como abertos nos cálculos da ROI central, de fato não possuem comunicação com poros presentes na superfície do CP.

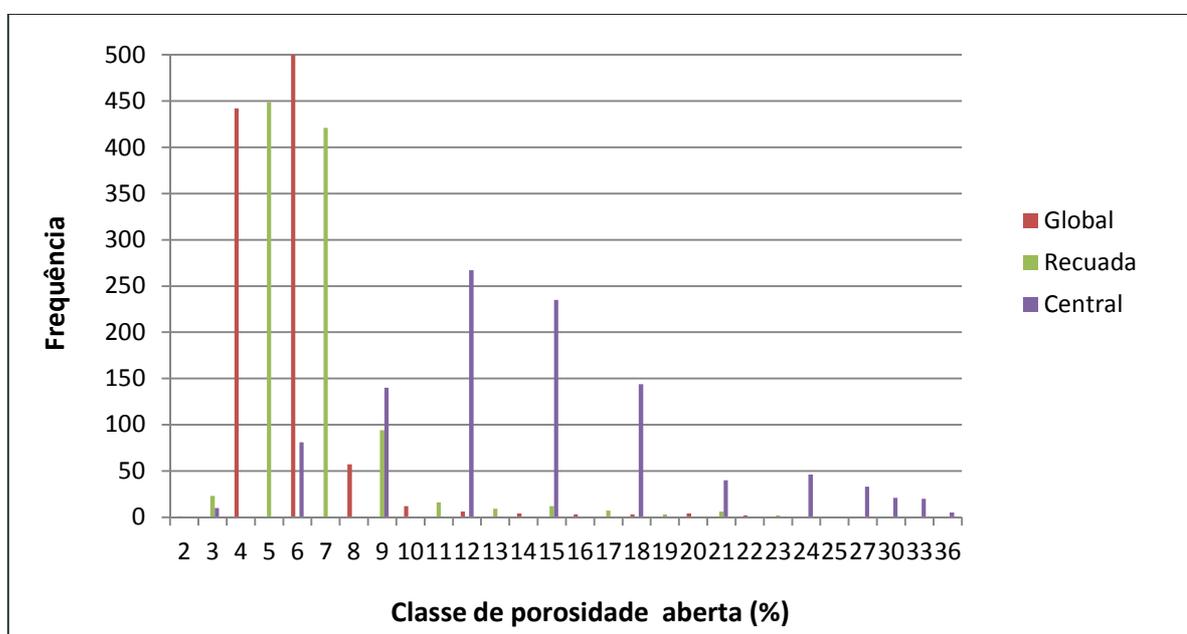


Fig. 35 – Distribuição das seções por classe de porosidade aberta na idade de 7 dias

Aos 28 dias, novamente houve um deslocamento entre as médias das ROIs e uma inversão da distribuição das frequências em relação aos resultados apresentados aos 7 dias. A ROI central apresentou sua maior frequência na classe de porosidade aberta de 1%, havendo uma redução na frequência com o aumento da classe de porosidade aberta. Já as maiores classes de porosidade aberta apresentaram frequências pertencentes à ROI global.

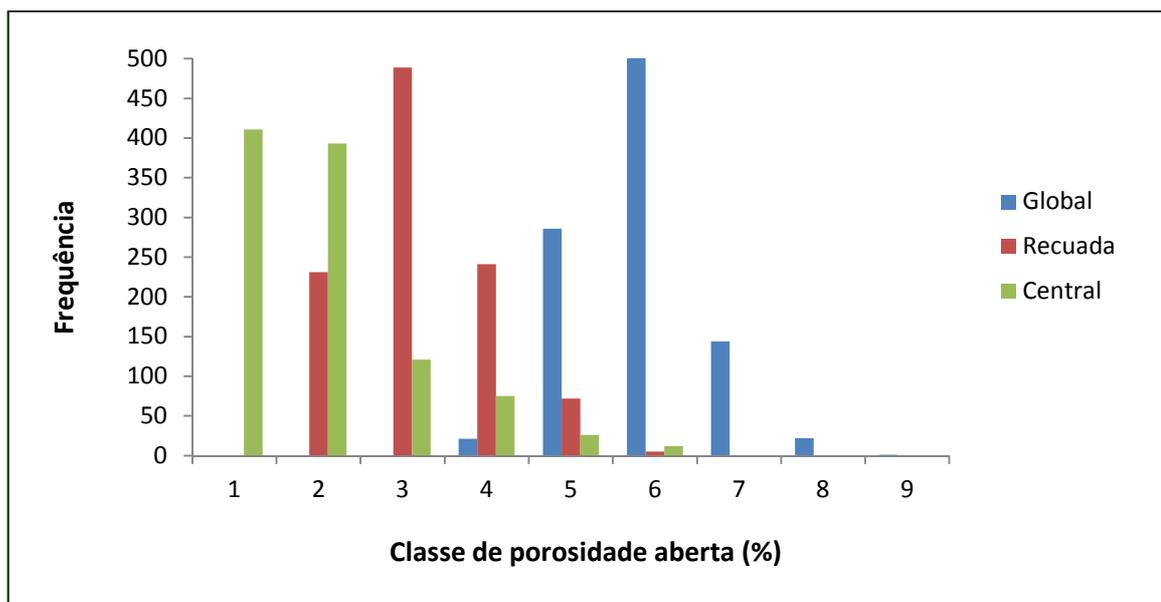


Fig. 36 – Distribuição das seções por classe de porosidade aberta na idade de 28 dias

As Figuras 37 e 38 apresentam o diagrama de frequência para tamanho de poros nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente. O eixo das ordenadas apresenta o percentual de seções, e o eixo das abcissas apresenta a faixa de tamanho de poros.

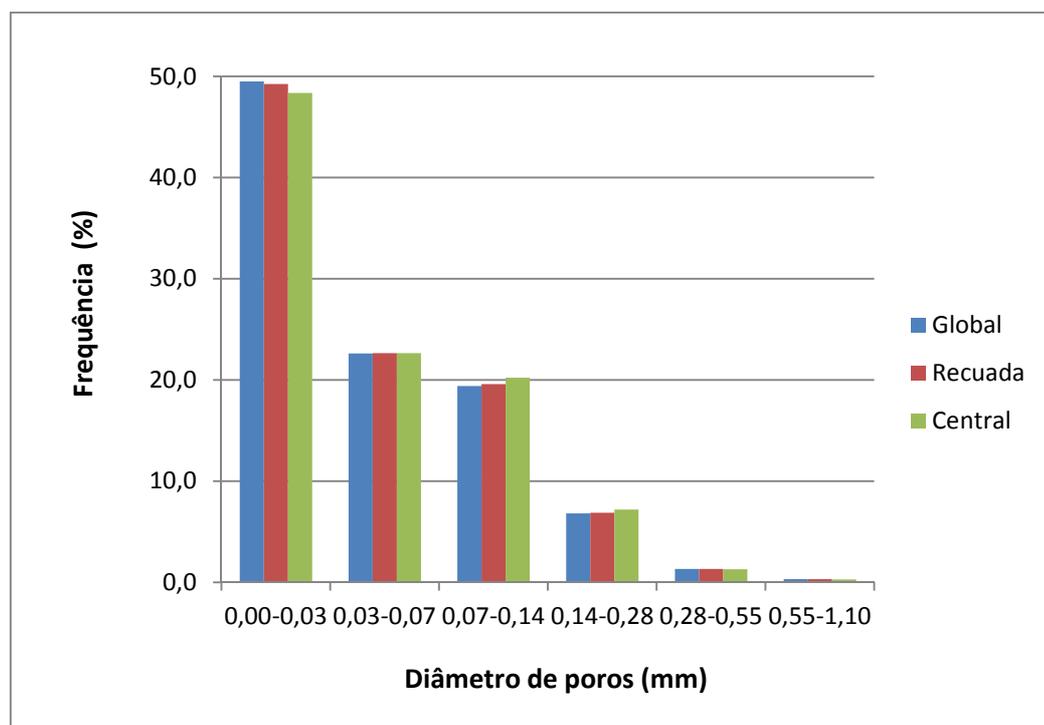


Fig. 37 – Distribuição do percentual de seções por faixa de diâmetro de poros na idade de 7 dias

Aos 7 dias, a distribuição de frequência apresentou-se muito próxima para as três ROIs analisadas, ocorrendo um decréscimo das frequências com o aumento do diâmetro de poros. O mesmo comportamento é observado para a leitura aos 28 dias. Observa-se que quase 50% dos poros são menores que 30 μm .

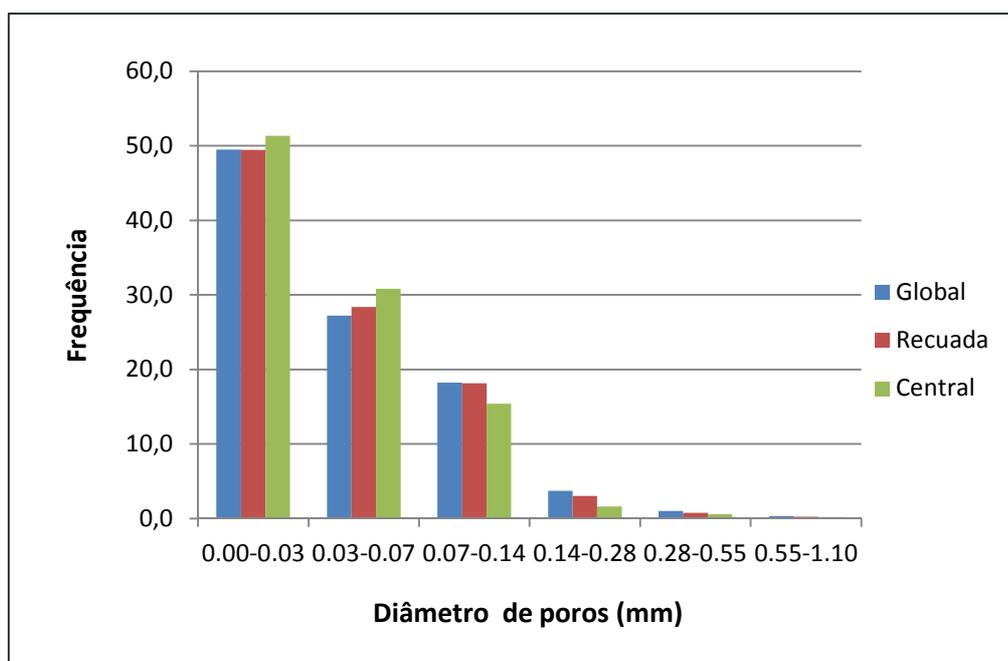


Fig. 38 – Distribuição do número de seções por faixa de diâmetro de poros na idade de 28 dias

As Figuras 39 e 40 apresentam o diagrama de frequência para classe de fragmentação de poros nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

Aos 7 dias as distribuições de frequência das três ROIs apresentaram-se muito próximas. Os valores negativos indicam uma grande conectividade entre os poros.

Aos 28 dias, mais uma vez nota-se uma segmentação da distribuição de frequências das ROI. As menores classes de fragmentação apresentam frequências referentes à ROI global, o que significa maior conectividade, comparada às demais regiões. O comportamento apresentado pelo gráfico mostra que a maior conectividade entre os poros acontece na região mais externa do CP (fora da área compreendida pela ROI central).

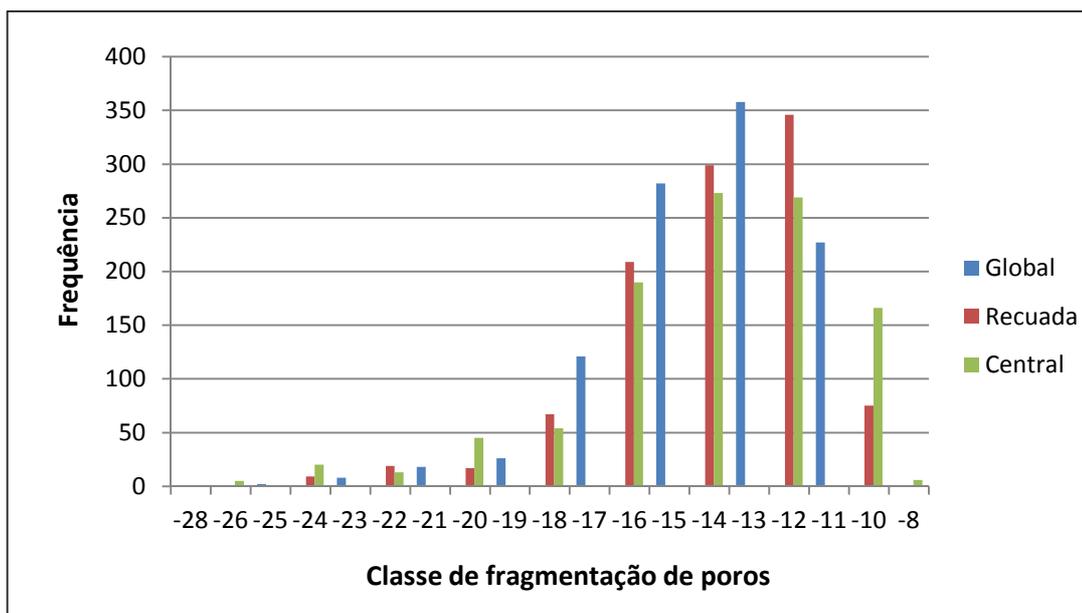


Fig. 39 – Distribuição do número de seções por classe de fragmentação na idade de 7 dias

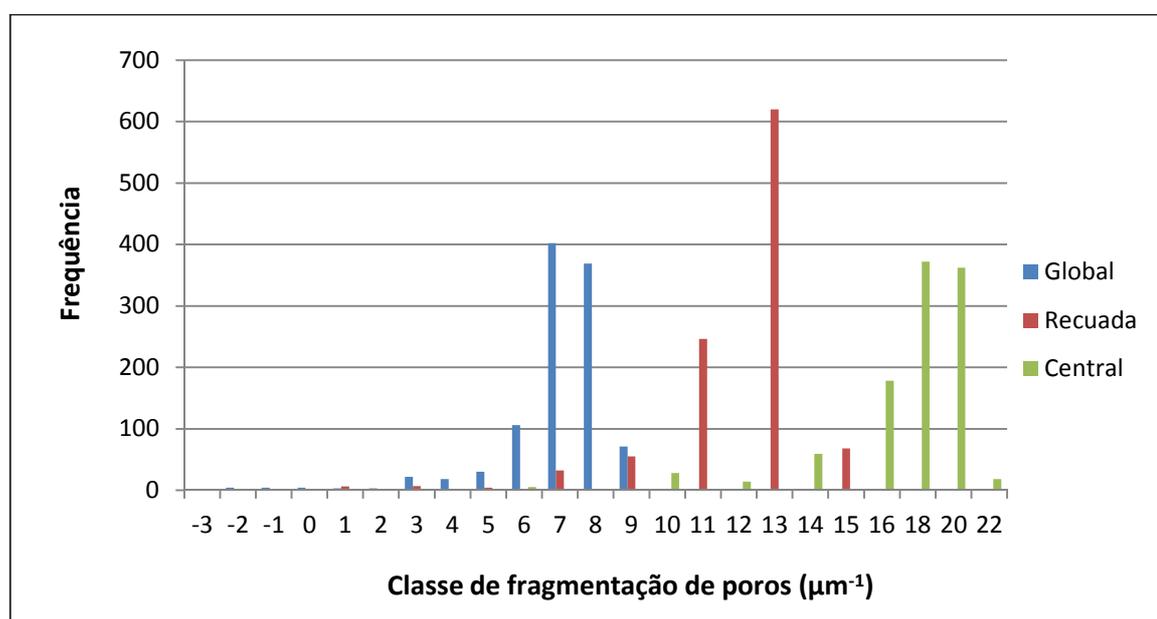


Fig. 40 – Distribuição do número de seções por classe de fragmentação na idade de 28 dias

As Figuras 41 e 42 apresentam o diagrama de frequência para classe de dimensão fractal nas idades de 7 e 28 dias, respectivamente.

A distribuição de frequências apresentou um comportamento muito próximo para as ROIs global e recuada, na idade de 7 dias. A ROI central, por sua vez apresentou uma sutil

diferenciação, por apresentar maiores frequências em classes de dimensão fractal mais elevadas (1,79 e 1,80), quando comparada às demais ROIs. Este comportamento era o esperado para este parâmetro, pois o mesmo está relacionado com a distribuição espacial dos poros, e desta forma, deve estar de acordo com o resultado obtido para a porosidade, a qual apresentou uma maior concentração de poros na região central do CP.

Para a idade de 28 dias, há o mesmo comportamento de distribuição de frequência apresentado para a porosidade nesta idade, ou seja, um deslocamento entre as médias, estando as maiores frequências da ROI central distribuídas no início do eixo das abcissas (entre as menores classes de dimensão fractal). Já as maiores frequências da ROI global assumiram classes de dimensão fractal mais elevada, e a distribuição da ROI recuada ocorreu praticamente entre as frequências da ROI central e global. Este comportamento, como já explicado, reflete uma maior concentração de poros nas áreas mais próxima à superfície do CP.

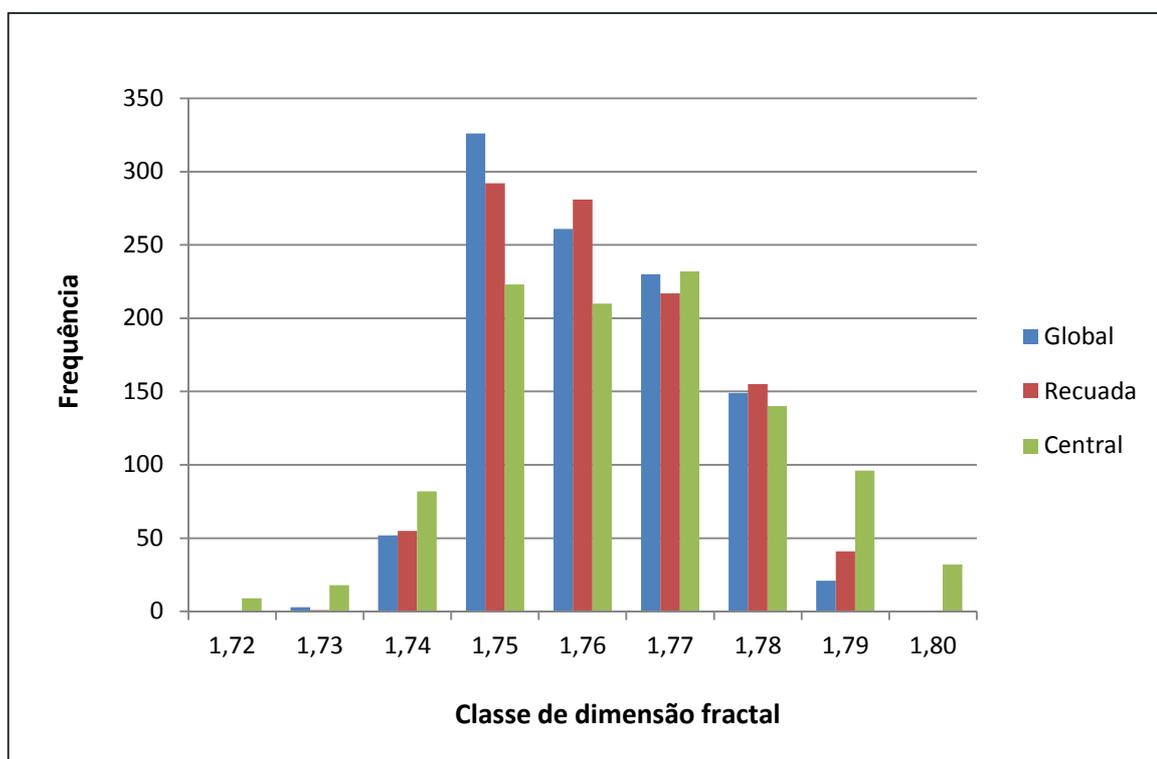


Fig. 41 – Distribuição do número de seções por classe de dimensão fractal na idade de 7 dias

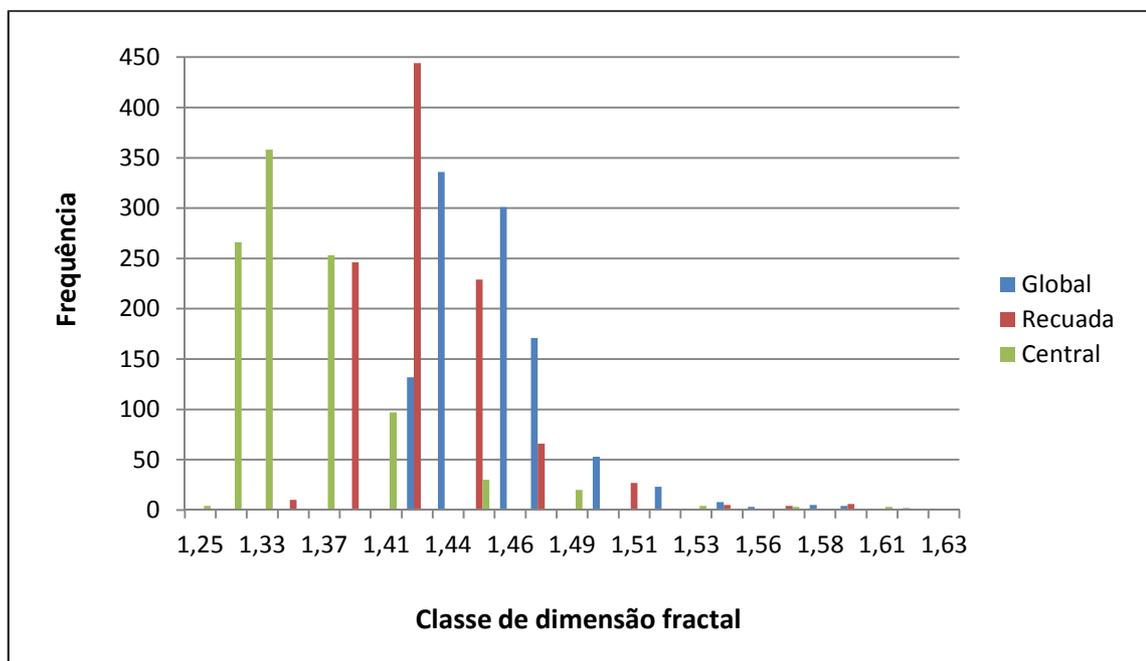


Fig. 42 – Distribuição do número de seções por classe de dimensão fractal na idade de 28 dias

4.6 – Análise das imagens

A seguir são apresentadas imagens de oito seções (Fig. 43 a Fig. 50), geradas a partir das leituras com o microtomógrafo de raios X, selecionada aleatoriamente. Em cada figura é mostrada a imagem da seção na idade de 7 e 28 dias, com a indicação de suas respectivas porosidades, referentes ao cálculo da ROI global.

Nota-se que as imagens das seções aos 28 dias mostram uma composição mais densa (menos pontos negros) e, por consequência, valores de porosidade mais baixos, que a imagens aos 7 dias.

As setas, presentes nas imagens aos 7 e 28 dias de cada seção, indicam um mesmo ponto de referência.

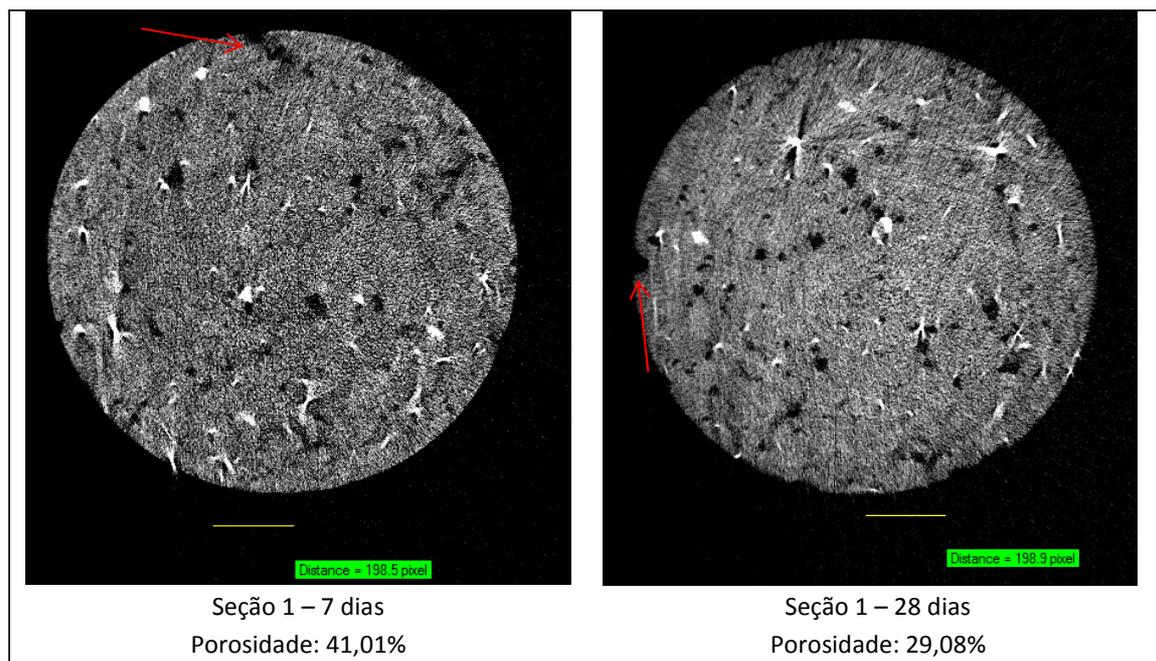


Fig. 43 – Imagem tomográfica da seção 1 na idade de 7 e 28 dias

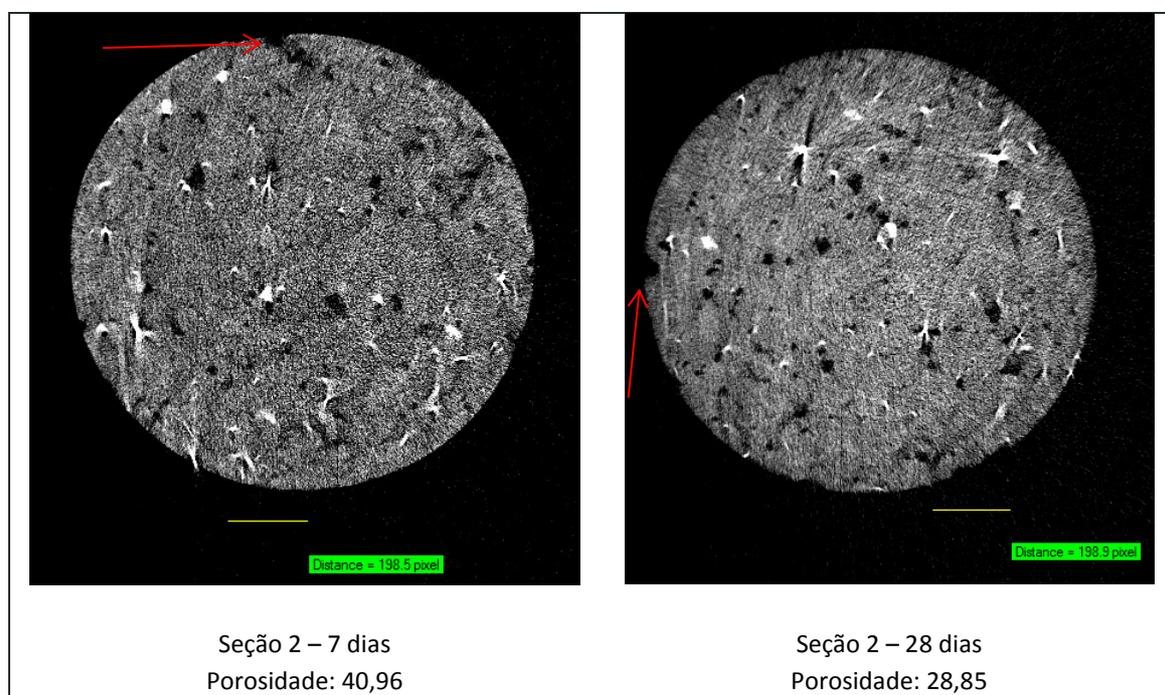


Fig. 44 – Imagem tomográfica da seção 2 na idade de 7 e 28 dias

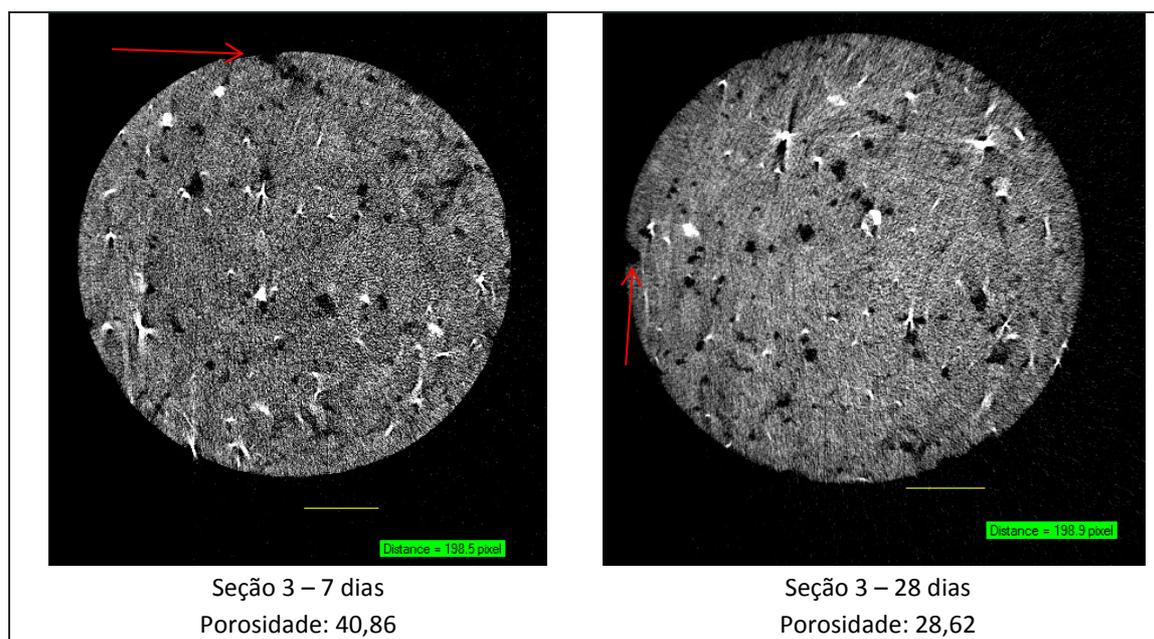


Fig. 45 – Imagem tomográfica da seção 3 na idade de 7 e 28 dias

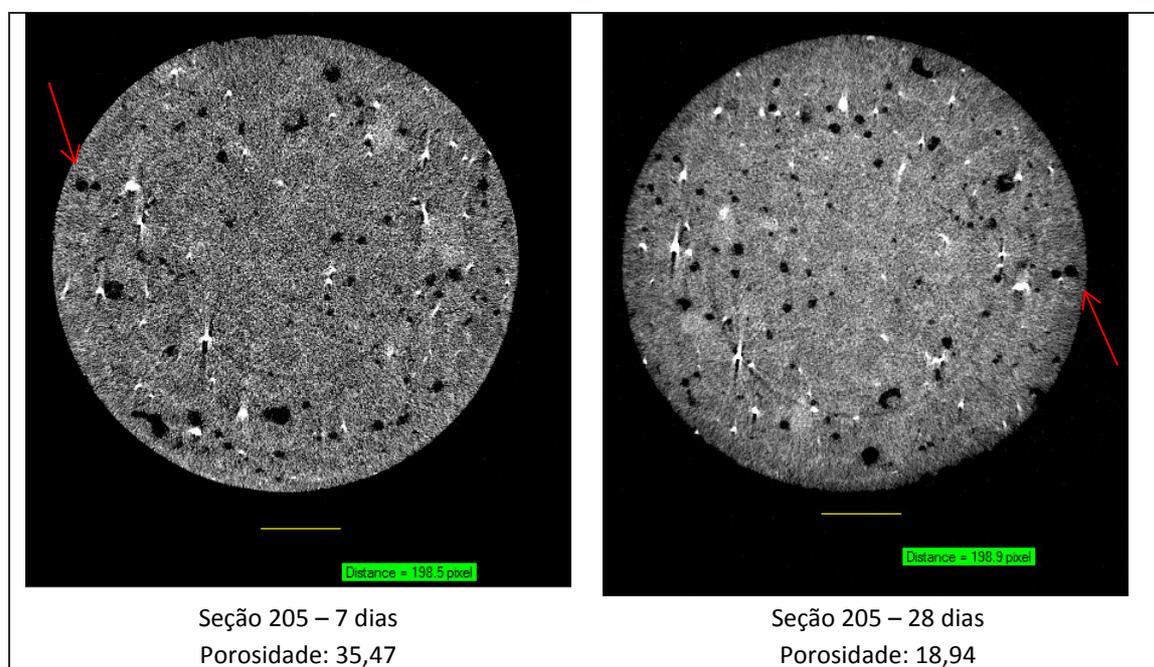


Fig. 46 – Imagem tomográfica da seção 205 na idade de 7 e 28 dias

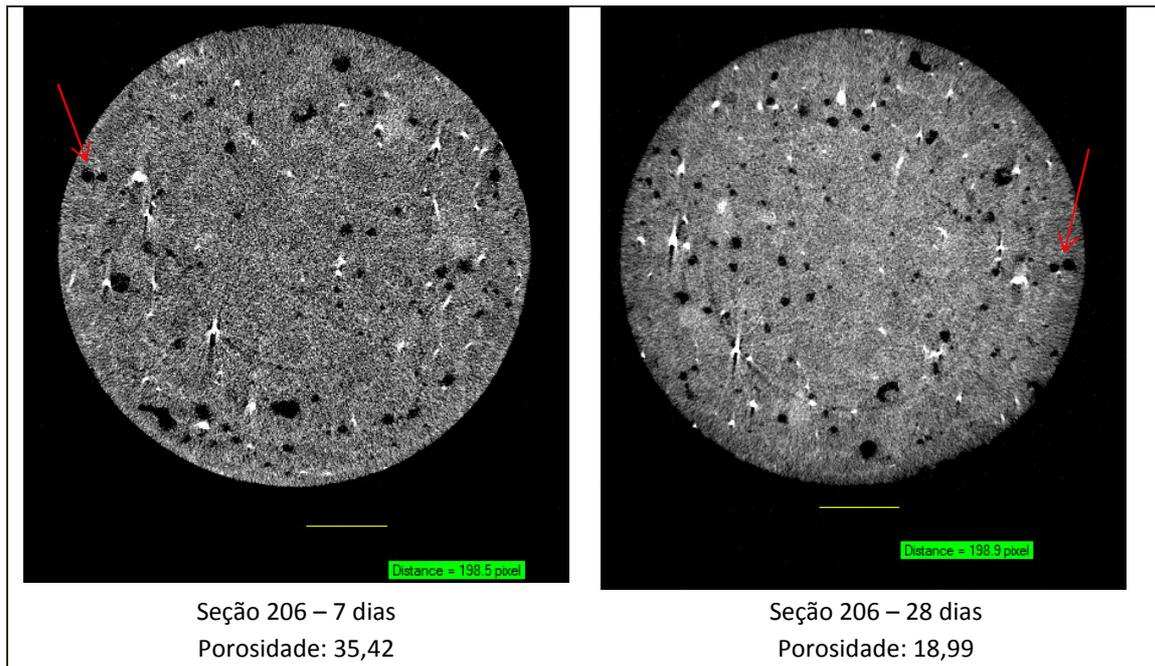


Fig. 47 – Imagem tomográfica da seção 206 na idade de 7 e 28 dias

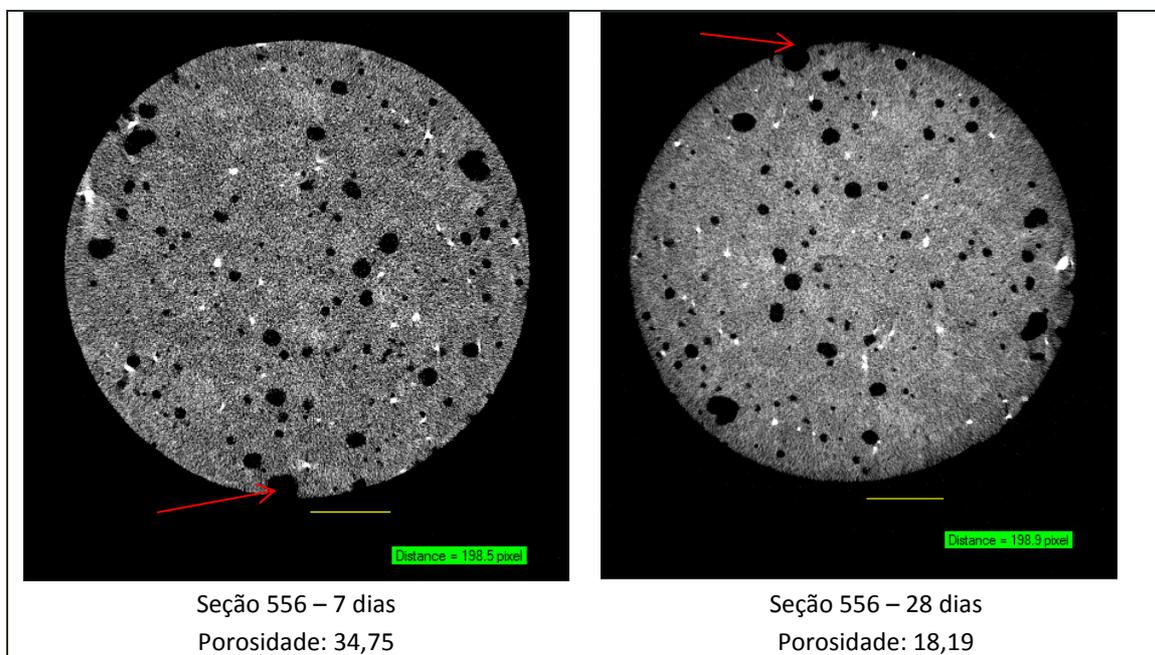


Fig. 48 – Imagem tomográfica da seção 556 na idade de 7 e 28 dias

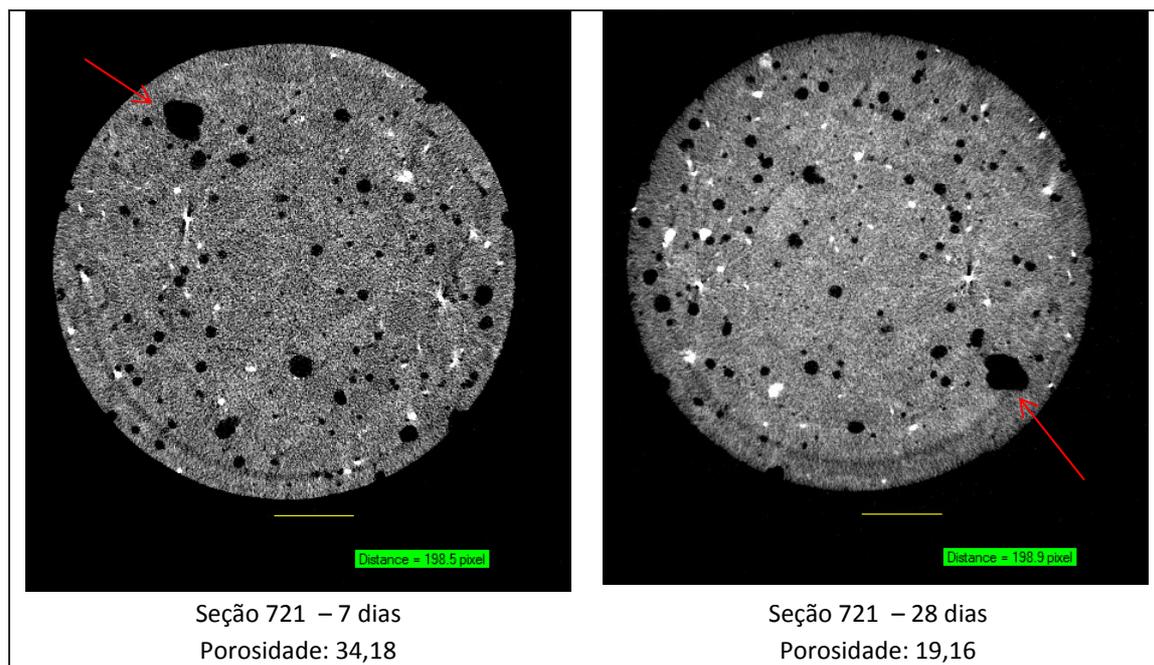


Fig. 49 – Imagem tomográfica da seção 721 na idade de 7 e 28 dias

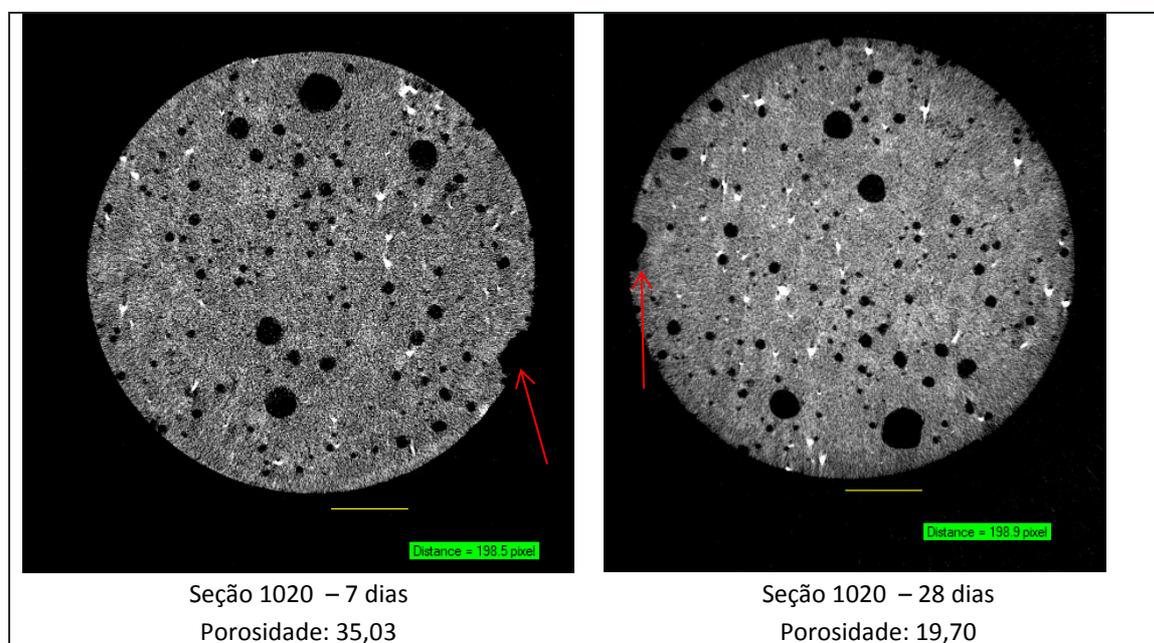


Fig. 50 – Imagem tomográfica da seção 1020 na idade de 7 e 28 dias

4.7 – Avaliação dos resultados

A resistência à compressão dos compósitos de matriz cimentícia depende essencialmente de seus materiais constituintes, suas proporções de dosagem, dos procedimentos de mistura e cura e condições de ensaio. Desta forma, a comparação com os resultados apresentados pela literatura está ligada ao comportamento estatístico apresentado pelas duas dimensões de CP analisadas, e não o valor de resistência à compressão, propriamente dito.

A maior variabilidade nos resultados apresentada pelos CPs de (2x4) cm, em comparação com os resultados obtidos para os CPs de (5x10) cm, para o ensaio de resistência à compressão está em consonância com o comportamento relatado em muitos estudos sobre o assunto.

Esta consonância com a literatura também ocorreu para os resultados de resistência média à compressão. O resultado ligeiramente superior, apresentado pelo CP de (2x4) cm, pode ser justificado pela citação feita por Gutschow (1995) *apud* Castro (2009, p. 55):

“Em corpos-de-prova, em geral, para uma mesma relação altura / diâmetro, quanto maior o diâmetro, menor as resistências médias e dispersões, conhecido como efeito volume, efeito esse devido ao fato do concreto ser constituído de materiais diferentes e, à medida que se aumenta o volume de concreto, maior a probabilidade de apresentar uma porção com resistência inferior à medida, ocorrendo aí a ruptura.”

Da mesma forma que a resistência à compressão, os valores de densidade e porosidade dos compósitos de matriz cimentícia, também dependem dos parâmetros de produção e cura, podendo também ser mencionados os procedimentos de amostragem, preparação destas amostras e método de investigação adotado.

Assim, realizar comparação entre valores de densidade e porosidade obtidos por pesquisas distintas é relativamente complicado, devido à grande variabilidade nos procedimentos adotados.

Apesar de não ter sido possível comparar os resultados de porosidade com outros estudos do gênero, o fato de a porosidade total ter sido obtida por meio de duas técnicas distintas, para o caso dos CPs de (2x4) cm, acabou por criar um parâmetro comparativo mais preciso para este estudo, uma vez que o material analisado foi o mesmo. Todavia, ainda existem as variações causadas pelo processo de preparação das amostras e o próprio erro associado de cada técnica, que devem ser levados em consideração ao se comparar estes resultados.

Embora os resultados de porosidade das duas técnicas tenham destoado na idade de 7 dias, aos 28 dias estes resultados foram muito próximos.

No estudo realizado por Bernardes *et al.* (2013), onde foram investigadas as porosidades de concretos, foi observada uma boa correlação entre as técnicas de microtomografia de raios X e picnometrias. Entretanto, as amostras destinadas aos ensaios de picnometria de hélio e mercúrio foram submetidas a uma temperatura máxima de 80 °C, durante o processo de secagem e, de acordo com o estudo apresentado por Costa *et al.* (2002), os produtos de hidratação do cimento Portland permanecem quimicamente estáveis para exposições a temperaturas até 80 °C. Desta forma, acredita-se que a utilização de temperatura superior à mencionada, para a secagem das amostras deste estudo, promoveu uma aceleração das reações de hidratação do cimento aos 7 dias de idade, fazendo com que esta apresentasse o mesmo valor de porosidade da amostra com idade de 28 dias.

5

CONCLUSÕES

Foi verificado que, no ensaio de resistência à compressão, os corpos de prova de (2x4) cm apresentaram maior variação de resultados e uma resistência média um pouco mais elevada, comparado aos corpos de prova de (5x10) cm. Este comportamento é compatível com os resultados obtidos pelos estudos sobre a influência da variação dimensional dos corpos de prova.

Os percentuais de porosidade, calculados a partir dos valores de densidade obtidos pelos ensaios de picnometria de hélio e mercúrio, foram maiores para os corpos de prova de (5x10)cm, justificando sua menor resistência à compressão, comparado aos corpos de prova de (2x4) cm.

A comparação dos valores de porosidade obtidos para as amostras provenientes da parte superior (1A) e da parte inferior (2A) do corpo de prova com dimensão (5x10) cm mostra que, no processo de amostragem, a seleção de qualquer uma das partes proporcionaria uma representatividade do CP.

Aparentemente, o uso de calor, para secagem das amostras destinadas aos ensaios de picnometria, impactou nos resultados de porosidade total, pois os valores obtidos para a idade de 7 dias foram muito próximos dos apresentados para a idade de 28 dias. Já o ensaio de microtomografia de raios X, cujo CP analisado não foi submetido a processo de secagem com temperatura, apontou uma diferença de porosidade entre as referidas idades.

Os resultados de porosidade, obtidos a partir das leituras com o microtomógrafo de raios X, apontam valores muito próximas para as três regiões de interesse (ROIs) na idade de 7 dias, contudo aos 28 dias estes valores se diferem.

Para todas as três ROIs analisadas, houve um decréscimo do percentual de porosidade da idade de 7 para os 28 dias.

As análises dos parâmetros morfológicos da estrutura de poros, obtidos a partir da microtomografia de raios X, sugerem que os resultados são influenciados pela idade do material e pela região do corpo de prova investigada.

Devido à formação de novo produtos de hidratação do cimento, a estrutura de poros apresentou uma redução do percentual de porosidade total, porosidade aberta, diâmetro médio de poros, índice de fragmentação e dimensão fractal da idade de 7 para 28 dias.

A variação dos resultados apresentados pelas ROIs ressalta a importância do método de amostragem na investigação sobre a estrutura de poros dos materiais de matriz cimentícia, pois o material proveniente da região mais interna dos CPs apresenta características diferentes das camadas mais externas.

Houve uma boa aproximação dos resultados de porosidade obtidos a partir dos ensaios de picnometria de hélio e mercúrio com os obtidos pela μ -CT, na idade de 28 dias. Desta forma, para a metodologia de amostragem adotada, foi conveniente o uso das duas técnicas em conjunto, como forma de validação dos resultados.

6

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir das análises e conclusões obtidas para esta pesquisa, propõe-se os seguintes estudos complementares:

- Analisar a influência da temperatura utilizada para secagem das amostras em sua porosidade total;
- Comparar resultados de porosidade obtidos para outros tipos de cimento comercial;
- Comparar resultados de porosidade de corpos de prova produzidos com dimensão reduzida e corpos de provas obtidos por extração de testemunho.

7

REFERÊNCIAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12655: Concreto de cimento Portland – preparo, controle e recebimento – Procedimento. Rio de Janeiro, 2006.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12766: Rochas para revestimento – Determinação da massa específica aparente, porosidade aparente e absorção d'água aparente. Rio de Janeiro, 1992.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14656: Cimento Portland e matérias-primas - Análise química por espectrometria de raios X - Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2001.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15900-11: Água para amassamento do concreto. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5733 /EB-2: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5738: Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova de prova. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5739: Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2007.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6118: Projeto de estruturas de concreto - Procedimento. Rio de Janeiro, 2007.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7211: Agregados para Concreto - Especificação. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215 (Incorpora a Errata nº 1 de 1997): Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 9778/ MB 2611: Argamassa e concretos endurecidos – determinação da absorção de água por imersão – índice de vazios e massa específica – método. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 9935: Agregados - Terminologia. Rio de Janeiro, 2011.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 15: Cimento Portland – Análise química – Determinação de resíduo insolúvel. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 18: Cimento Portland – Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 248: Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 248: Peneiras de ensaio - Requisitos técnicos e verificação. Parte 1: Peneiras de ensaio com tela de tecido metálico (ISSO 3310-1, IDT) Rio de Janeiro, 2010.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 65: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação do tempo de pega. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 76: Cimento Portland – Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (Método Blaine). Rio de Janeiro, 1998.

ALIGIZAKI, Kalliopi K, Pore structure of cement-based materials: testing interpretation and requirements. Modern concrete technology series; v 12. London; New York Taylor & Francis, 2006.

AMARAL, E.C.; BOTELHO, R.A.; LAMEIRAS, F.S.; REIS, S.C; TOLENTINO, E., O efeito do tratamento térmico a 300°C na conectividade da estrutura de poros de argamassa de cimento Portland reforçada por fibras de polipropileno. Cerâmica 58, p. 262-269, 2012.

AMGARTEN, D.R., Determinação do volume específico de poros de sílicas cromotográficas por dessorção de líquidos em excesso. Dissertação de mestrado. Instituto de Química - Unicamp. Campinas, 2006.

AONO, Y.; MITSUSHITA, F.; SHIBATA, S.; HAMA, G., Nano-structural Changes of C-S-H in Hardened Cement Paste during Drying at 50°C. Journal of Advanced Concrete Technology, v. 5, n.3, p. 3113-323, outubro, 2007.

ARANHA, N.; OLIVEIRA Jr.,J.M.; ANDREO FILHO, N.; CHAUD, M.V.; GONÇALVES, M.M.; LIMA Jr., J.R., Projeto e Construção de um Picnômetro a ar para caracterização de insumos e produtos farmacêuticos. Química nova, v. 1.33, nº 6,1384-1388, 2010. ISSN 1678-7064 On-Line. <http://www.scielo.br/pdf/qn/v33n6/29.pdf> (acessado em 06/06/2011).

ARAÚJO, J.M., A resistência à compressão e critérios de ruptura para o concreto. Estruturas de Concreto, n. 1, editora Dunas, Rio Grande, Abril, 2001. ISSN 1519-4086.

ARCARO, K., Característica de Euler- Poicaré para estimar a conectividade da estrutura do

osso trabecular. Dissertação de mestrado. Instituto de Matemática, UFRGS. Porto Alegre, 2009.

BACKES, A.R.; BRUNO, O.M., Técnicas de estimativa da dimensão fractal: Um estudo comparativo. INFOCOMP, UFLA, v.4, n.3, p. 50-58, 2005.

BAŽANT, Z.P., Size effect. International Journal of Solids and Structure, v. 37, p. 68-80, 2000.

BAŽANT, Z.P.; XIANG, Y., Size effect in compression fracture: splitting crack band propagation. Journal of Engineering Mechanics, v. 123, n.2, p. 162-172, February, 1997.

BERNARDES, E.E.; MAGALHÃES, A.G.; VASCONCELOS, W.L.; NUNES, E.H.M., Evaluation of the effect of varying the workability in the concrete pore structure by using X-ray microtomography. RIEM, v.6, n.4, august, 2013, p. 582-597

BOURGUIGNON, A.S., Caracterização de concreto reforçado com fibras pela técnica de microtomografia computadorizada por transmissão de raios X. Dissertação de mestrado. Instituto Politécnico, UERJ. Nova Friburgo, 2011.

BRANDÃO, P.R.G. Métodos de Instrumentação e Análise – Notas de Aula. Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e Minas. Belo Horizonte: UFMG, 2012.

CAMPITELI, V.C., Porosidade do concreto Boletim Técnico BT 09187. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 1987.

CANUT, M.M.C. Resíduo Fosfogesso como Material de Construção. Dissertação de Mestrado. Departamento de Materiais de Construção, UFMG. Belo Horizonte, 2006.

CARASEK, H. Argamassas In: Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. G.C. Isaia. 2ª. ed. São Paulo: IBRACON, v. 2., p.893-944, 2010.

CARVALHO, G.; PESSÔA, J.R.C.; LIMA, I.; ASSIS, J.T.; RODRIGUES, G.J.O.; CRUVINEL, P.E.; O LASSO, P.R., Caracterização do concreto utilizando microtomografia por raio x e scanner comercial. XXXIII Congresso Nacional de Matemática Aplicada e Computacional. Anais da CNMAC. V.3, 2010. Publicação SBMAC. ISSN 1984-820x.

CASTRO, E., Estudo da resistência à compressão do concreto por meio de testemunho de pequeno diâmetro e esclerometria. Dissertação de mestrado. Programa de pós-graduação em engenharia civil. UFU. Uberlândia, 2009.

CHEN D.; SAKAI, E.; DAIMON, M.; OHBA, Y., Carbonation of low heat Portland cement paste precured in water for different time. Journal of University of Science and Technology Beijing, Materials, v.14, n.2, p. 178, abril, 2007.

CINCOTTO, M.A. Reações de hidratação e pozolânicas In: Concreto: Ciência e Tecnologia. G.C. Isaia. 1ª. ed. São Paulo: IBRACON, v. 1., p.381-413, 2011.

CNNUDE, V.; BOONE, M.; DEWANCKELE, J.; DIERICK, M.; VAN HOOREBEKE, L.; JACOBS, P., 3D Characterization of sandstone by means of X-ray computed tomography. Geosphere, v.7, n.1, p. 54-61, February 2011.

COLOMBO, P., In praise of pores. Science, v.322, p. 381-383, 2008.

COOK, R.A.; HOVER, K.C., Mercury porosimetry of hardened cement pastes. Cement and Concrete Research. Elsevier, v.29, n.6, p.933-943, 1999.

COSTA, C. N.; FIGUEIREDO, A. D.; SILVA, V. P., Aspectos tecnológicos dos materiais de concreto em altas temperaturas. NUTAU 2002. Artigo Técnico. São Paulo, 2002, p. 1278-1289.

COSTA, P.R.; ARAÚJO, E.C.A., Aplicação do algoritmo FDK para a reconstrução de imagens tomográficas multicortes. Revista Brasileira de Engenharia Biomédica, v. 26, n.2, p. 105-120, agosto 2010.

COURA, C.V.G.; BARBOSA M.T.G.; DARWISH, F.A.I., Análise da lei de Bazant e de Carpinteri na resistência à compressão do concreto. Revista Internacional de Desastres Naturales, Accidentes e Infraestructura Civil, v.8, n.1, mayo, 2008.

DAL MOLIN, D.C.C.D. Adições Minerais In: Concreto: Ciência e Tecnologia. G.C. Isaia. 1ª.ed. São Paulo: IBRACON, 2011. v. 1., p.261-309.

DAL MOLIN, D.C.C.D. Adições Minerais para Concreto Estrutural In: CONCRETO: Ensino, Pesquisa e Realizações. G.C. Isaia. São Paulo: IBRACON, 2005. v. 1., p.345-379.

DIAMOND, S., Mercury porosimetry. An inappropriate method for the measurement of pore size distributions. Cement and Concrete Research. Elsevier, v.30, n.10, p.1517-1525, 2000.

FERNANDES, J.S., APPOLONI, C.R., FERNANDES, C.P., Determinação de padrões microestruturais e reconstrução de imagens 3-D de rochas reservatório por microtomografia de raios-x. Revista Ciências Exatas e Naturais, vol.11, nº1. jan/jun 2009.

FERREIRA, R.M., Avaliação de ensaios de durabilidade do betão. Dissertação de mestrado. Universidade do Minho, Guimarães, 2000.

HARTMANN, C., et al., Aditivos químicos para concretos e cimentos. In: Concreto: Ciência e Tecnologia. G.C. Isaia. 1ª.ed. São Paulo: IBRACON, 2011. v. 1., p.347-380.

KIHARA, Y. & CENTURIONE, S.L. O Cimento Portland In: CONCRETO: Ensino, Pesquisa e Realizações. G.C. Isaia. São Paulo: IBRACON, 2005. v. 1., p.295-322.

KULAKOWSKI, M.P., Contribuição ao estudo da carbonatação em concretos e argamassas compostos com adição de sílica ativa. Tese de doutorado. Programa de Pós Graduação em Minas, Metalurgia e Materiais, UFRGS. Porto Alegre, 2002.

LANDIS, E.N.; NAGY, E.N.; KEANE, D.T., Microtomographic Measurements of Internal Damage in Portland-Cement-Based Composites. Journal of Aerospace Engineering, v.10, n. 1, Janeiro, 1997, p. 2-6.

LÁNZON, M.; CNUUDE, V.; KOCK,T.; DEWANCKELE, J., X-ray Microtomography (μ -CT) to Evaluate Microstructure of Mortars containing Low Density Additions. Cement & Concrete Composites. Elsevier, 2012, v.34, n.9, p. 993-1000.

LIAN, C.; ZHUGE, Y.; BEECHAM, S., The relationship between porosity and strength for porous concrete, Construction and Building Materials 25 (11), p. 4294-4298, 2011.

LIMA, I.; APPOLONI, C.R.; OLIVEIRA, L.F.; LOPES, R.T.; Caracterização de Materiais Porosos Através da Microtomografia Computadorizada 3D. ARC. Revista Brasileira de Arqueometria Restauração Conservação. Edição Especial. Nº 1. Março 2006. AERPA Editora. Resumo do III Simpósio de Técnicas Avançadas em Conservação de Bens Culturais – Olinda 2006.

LIMA, I.C.B., Caracterização de estruturas internas ósseas através das técnicas de microtomografia computadorizada tridimensional e fluorescência de raios X. Tese de

doutorado. Programa de Pós Graduação de Engenharia. UFRJ. Rio de Janeiro, 2006.

LNEC – LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL. E 393: Betões – Determinação da absorção de água por capilaridade. Lisboa, 1993.

LNEC – LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL. E 394: Betões. Determinação da absorção de água por imersão. Ensaio à pressão atmosférica. Lisboa, 1993.

LNEC – LABORATÓRIO NACIONAL DE ENGENHARIA CIVIL. E 395: Betões. Determinação da absorção de água por imersão. Ensaio no vácuo. Lisboa, 1993.

LU, S.; LANDIS, E.N.; KEANE, D.T., X-ray Microtomographic studies of pore structure and permeability in Portland cement concrete. *Materials and Structures*, v.39, n.6, 2006, p. 611–620.

MACHADO, A.C., Estudo de parâmetros microestruturais de rochas-reservatório para diferentes resoluções utilizando microtomografia computadorizada 3D. Dissertação de mestrado. Programa de Pós Graduação em Engenharia Nuclear. UFRJ. Rio de Janeiro, 2012.

MACHADO, I.M.L., Avaliação microestrutural de cascas cerâmicas utilizadas na produção de moldes para o processo de fundição por cera perdida. Dissertação de mestrado. Departamento de Engenharia Metalúrgica. UFMG. Belo Horizonte, 2005.

MAGALHÃES, A.G. Caracterização e análise macro e microestrutural de concretos fabricados com cimento contendo escórias de alto-forno. Tese de doutorado. Departamento de estruturas, UFMG. Belo Horizonte, 2007.

MARTIN, J.F.M. Aditivos para Concreto In: CONCRETO: Ensino, Pesquisa e Realizações. G.C. Isaia. São Paulo: IBRACON, 2005. v.1., p.381-406.

MARTINS, D.G., Influência do tamanho do corpo de prova nos resultados de ensaios de módulo de deformação e resistência à compressão e suas correlações para concretos produzidos em Goiânia – GO. Dissertação de mestrado. Escola de Engenharia Civil, Goiânia, 2008.

MEHTA, P. K. MONTEIRO, P. J. M., Concreto: estruturas, propriedades e materiais. 3ª ed. São Paulo: IBRACON, 2008. 674 p.

MOREIRA, A.C. Caracterização da Microestrutura de Materiais Porosos por Microtomografia de Raios X e Transmissão de Raios Gama. Dissertação de Mestrado. Departamento de Física. Universidade Estadual de Londrina. Londrina, 2006.

MOURA, M.J.; FIGUEIREDO, M.M., Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de *E.globulus* – *Silva Lusitana* 10(2): 207-216, 2002. EFN, Lisboa. Portugal.

NAIK, N.N.; KURTIS, K.E.; WILKINSON, A.P.; JUPE, A.C.; STOK, S.R., Sulfate Deterioration of Cement-based Materials examined by x-ray Microtomography. *Developments in X-Ray Tomography IV*, 442, outubro, 2004.

NETO, J.M.R.; FIORI, A.P.; LOPES, A.P.; MARCHESI, C.; COELHO, C.V.P.; VASCONCELLO, E.M.G.; SILVA, G.F.; SECCHI, R., A microtomografia computadorizada de raios x integrada à petrografia no estudo tridimensional de porosidade em rochas. *Revista Brasileira de Geociências*, v.41, n.3, setembro, 2011, p. 498-508.

NEVILLE, A.M. Propriedades do Concreto. 2^a. ed. São Paulo: Pini, 1997. 828 p.

OLIVEIRA, C.A.S., Avaliação microestrutural e comportamento físico e mecânico de concretos de alto desempenho produzidos com metacaulim. Tese de doutorado. Departamento de Engenharia Metalúrgica. UFMG. Belo Horizonte, 2007.

PAULON, V.A. A Microestrutura do Concreto Convencional In: CONCRETO: Ensino, Pesquisa e Realizações. G.C. Isaia. São Paulo: IBRACON, 2005. v. 1., p.583-604.

PESSÔA, J.R.C., Microtomografia com Raio X e processamento de imagem na obtenção da porosidade do concreto. Tese de doutorado. Instituto Politécnico, UERJ. Nova Friburgo, 2011.

ROCCO, C.; GUINEAE, G.V.; PLANAS, J.; ELICES, M., Size effect and boundary conditions in the Brazilian test: theoretical analysis. Materials and Structures, July, 1999, v. 32, n.6, p. 437-444.

ROCHA, W.R.D.R. Determinação de Parâmetros Geométricos Estruturais de Espumas Cerâmicas Industriais por Transmissão de Raios Gama e Microtomografia de Raios X. Dissertação de mestrado. Departamento de Física. Universidade Estadual de Londrina. Londrina, 2005.

SANTANA, M.F.S.; KATEKAWA, M.E.; TANNOUS, K.; LIMA, A.K.V.O.; GASPARETTO, C.A., Área Superficial e Porosidade da Fibra Alimentar do Albedo de Laranja. Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais. Campina Grande, v.14, n.3, p. 261-273, 2012.

SILVA, R.M.V.S. Modelo Preliminar para Caracterização de Ceras de Abelha para Uso como Tecido Simulador Base em Radioterapia Externa com Feixe de Fótons de Megavoltagem. Dissertação de mestrado. Departamento de Física, Universidade Federal de Sergipe. São Cristóvão, 2011.

SKYSCAN, Desktop X-ray microtomograph. Instruction Manual. SkyScan 1172. Belgium, 2005.

SKYSCAN, Structural parameters measured by SkyScan CT-analyser software. August 1, 2009.

VASCONCELLOS, W.L., Descrição da Permeabilidade em Cerâmicas Porosas. Cerâmica 43, p. 281-282, 1997.

VISO, J.R.; CARMONA, J.R.; RUIZ, G., Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete. Cement and Concrete Research. Elsevier, March, 2008, v. 38, n.3, p. 386-395.

YI, S-T.; YANG, E-I.; CHOI, J-C.; Effect of specimen sizes, specimen shapes, and placement directions on compressive strength of concrete. Nuclear Engineering and Design, January, 2006, v. 236, n.2, p.115-127.